



TESIS - SK142502

**ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS
DENGAN KATALIS ASAM HETEROGEN PADA
PEMBUATAN BIODIESEL SEBAGAI MATERI
PEMBELAJARAN KIMIA ORGANIK DI
LABORATORIUM**

NUNGKY PURWASUSANTI
1413 203 007

DOSEN PEMBIMBING
Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph.D.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN PENGAJARAN KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015



TESIS - SK142502

**ESTERIFICATION WASTE COOKING OIL USE
HETEROGENEOUS ACID CATALYST IN
BIODIESEL AS MAKING LEARNING
MATERIALS IN ORGANIC CHEMISTRY
LABORATORY**

NUNGKY PURWASUSANTI
1413 203 007

SUPERVISOR
Dra. Ratna Edianti, M.S., Ph.D.

MAGISTER PROGRAM
CHEMISTRY OF DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCE
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2015

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Sains (M.Si)

Di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Nungky Purwasusanti

NRP. 1413 203 007

Tanggal Ujian : 03 September 2015

Periode Wisuda : Maret 2016

Disetujui Oleh:

1. Dra. Ratna Edianti, M.S., Ph.D.
NIP. 19600622 198603 2 002

(Pembimbing)

2. Suprpto, M.Si., Ph.D.
NIP. 19720919 199802 1 001

(Penguji)

3. Sri Fatmawati, M.Sc., Ph.D.
NIP. 19801103 200212 2 001

(Penguji)

4. Prof. Mardi Santoso, Ph.D.
NIP. 19650131 198910 1 001

(Penguji)

Direktur Program Pascasarjana

Prof. Dr.Ir. Adi Soeprijanto, MT.
NIP. 19640405 1999002 1 001

ESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS DENGAN KATALIS ASAM HETEROGEN PADA PEMBUATAN BIODIESEL SEBAGAI MATERI PEMBELAJARAN KIMIA ORGANIK DI LABORATORIUM

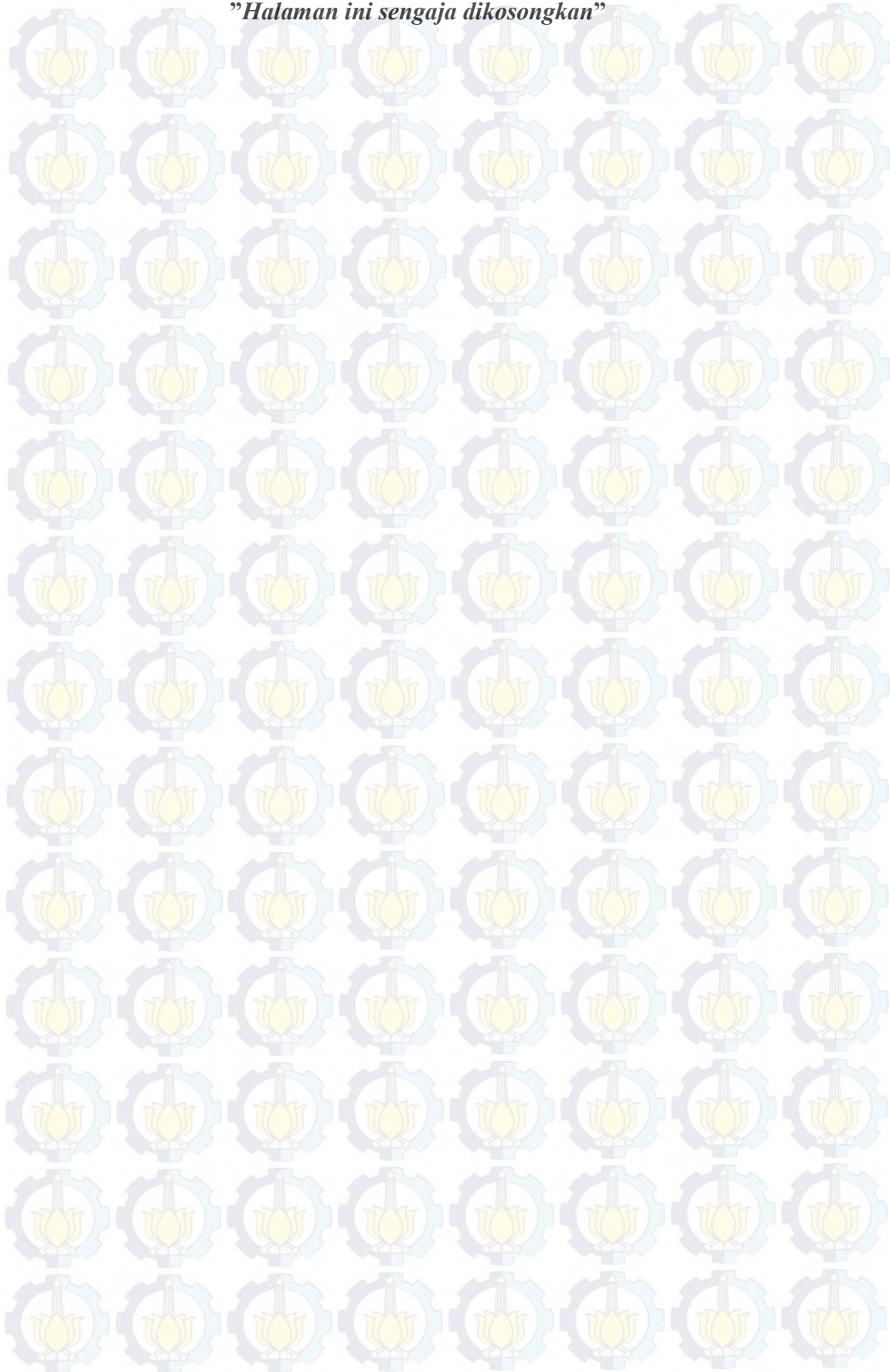
Nama mahasiswa : Nungky Purwasusanti
NRP : 1413 203 007
Pembimbing : Dra. Ratna Ediati, M.S, Ph.D

ABSTRAK

Konsep dasar reaksi esterifikasi dapat dipelajari melalui mata kuliah kimia organik. Capaian pembelajaran pada mata kuliah Dasar Kimia Organik, yaitu mampu mendemonstrasikan pengetahuan dan menerapkan prinsip dan konsep kimia. Lembar Kerja Praktikum Reaksi Esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis asam heterogen disusun dengan tujuan untuk membantu peserta didik memahami konsep reaksi esterifikasi. Data penelitian esterifikasi digunakan sebagai indikator kinerja praktikum esterifikasi pada mata kuliah Dasar Kimia Organik. Kondisi reaksi dengan rasio molar metanol/minyak, 30:1, waktu reaksi 2 jam dan suhu 160°C menghasilkan konversi asam lemak bebas paling besar, yaitu 83,35%. Pada kondisi reaksi yang sama, metakaolin teraktivasi memiliki aktivitas yang lebih baik dibandingkan metakaolin, yaitu 93%. Karakteristik densitas biodiesel minyak goreng bekas sesuai dengan standar ASTM D 6751 dan SNI 04-7182 yaitu 0,881 g/cm³. Kandungan utama biodiesel minyak goreng bekas yaitu metil palmitat. Berdasarkan teknik GC diperoleh *yield* biodiesel pada reaksi kondisi optimum dengan katalis metakaolin sebesar 53% dengan katalis metakaolin dan 62% dengan katalis metakaolin teraktivasi asam sulfat.

Kata Kunci : Esterifikasi, Reaksi Esterifikasi, Biodiesel

”Halaman ini sengaja dikosongkan”



ESTERIFICATION WASTE COOKING OIL USE HETEROGENEOUS ACID CATALYST IN BIODIESEL AS MAKING LEARNING MATERIALS IN ORGANIC CHEMISTRY LABORATORY

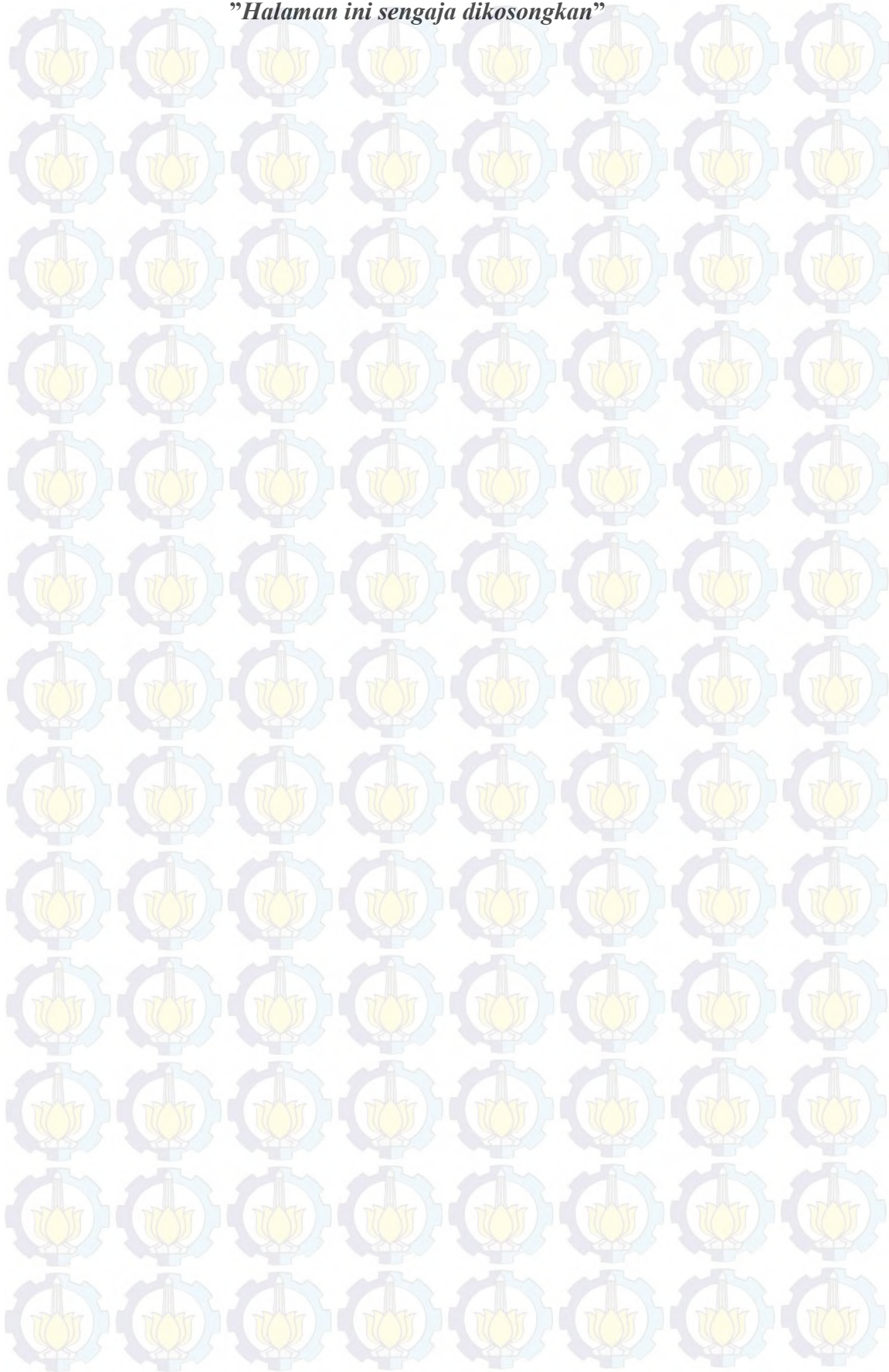
Name : Nungky Purwasusanti
Student Identity Number : 1413 203 007
Supervisor : Dra. Ratna Ediati, M.S, Ph.D

ABSTRACT

The basic concept esterification reaction can be learned through the course of organic chemistry. Learning gains in the courses Basics of Organic Chemistry, which is able to demonstrate knowledge and apply the principles and concepts of chemistry. Practical worksheet used cooking oil esterification reaction with the acid heterogeneous catalysts are intended to help students understand the concept of the esterification reaction. Esterification research data used as a performance indicator esterification practicum course on Basis of Organic Chemistry. Reaction conditions with a molar ratio methanol/oil, 30: 1, reaction time 2 hours and a temperature of 160 ° C resulted in the conversion of free fatty acids is greatest, ie 83.35%. At the same reaction conditions, metakaolin activated have a better activity than metakaolin, namely 93%. Characteristics of used cooking oil biodiesel density in accordance with ASTM D 6751 and ISO 04-7182 is 0.881 g / cm³. The main content of biodiesel used cooking oil is methyl palmitate. Based on GC techniques derived biodiesel yield in optimum conditions with a catalyst reaction metakaolin was 53% with and 62% metakaolin catalyst with metakaolin activated catalyst sulfuric acid

Keyword : Esterification, Concept of Esterification Reaction, Biodiesel

”Halaman ini sengaja dikosongkan”



KATA PENGANTAR

Puji syukur alhamdulillah penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas rahmat, rezeki, dan petunjuk-Nya penulis dapat menyelesaikan Tesis dengan judul .Esterifikasi Minyak Goreng Bekas Dengan Katalis Asam Heterogen Pada Proses Pembuatan Biodiesel Sebagai Materi Pembelajaran Kimia Organik di Laboratorium.

Atas terselesaikannya Tesis ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

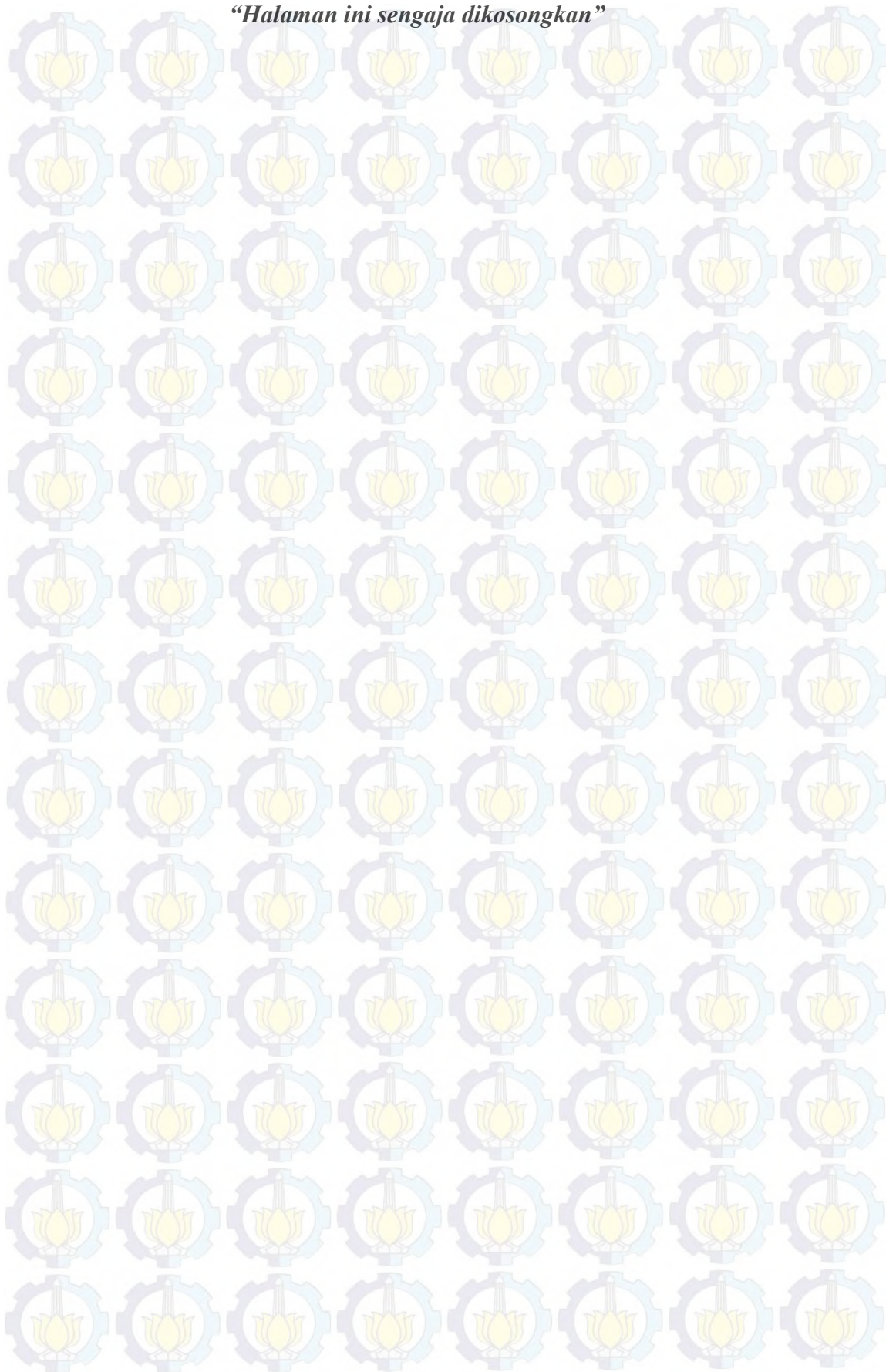
1. Dra. Ratna Ediati, M.S.,Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, motivasi, saran dan pengarahan dalam penyusunan Tesis.
2. Dr. Fahimah Martak, M.Si selaku dosen wali yang telah memberikan bimbingan akademik selama kegiatan perkuliahan.
3. Prof. Mardi Santoso, Ph. D. selaku ketua prodi Pascasarjana Kimia ITS.
4. Keluarga yang telah memberikan dukungan materiil maupun non materiil.
5. Teman-teman S2 Pengajaran Kimia dan Kimia ITS Angkatan 2013 yang telah berjuang bersama-sama serta teman-teman Laboratorium Kimia Material Energi yang selalu memberikan semangat untuk menyelesaikan penelitian.
6. Semua pihak yang banyak membantu dalam pelaksanaan dan penyelesaian Tesis ini, yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis mengharapkan kritik dan saran yang sifatnya membangun guna perbaikan dalam Tesis ini, sehingga Tesis ini dapat bermanfaat bagi penulis pribadi maupun bagi pembaca.

Surabaya, Agustus 2015

Penulis

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

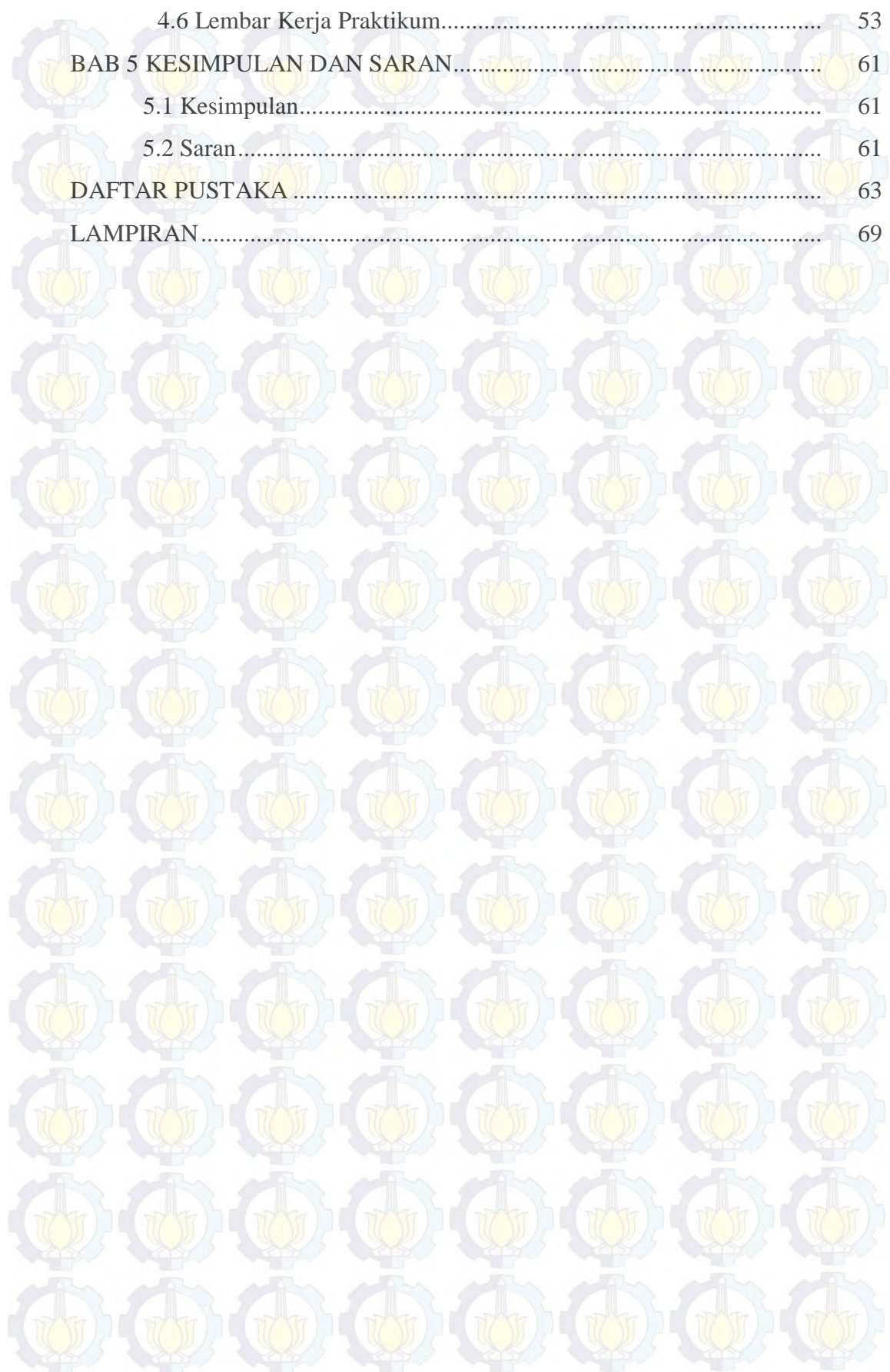


DAFTAR ISI

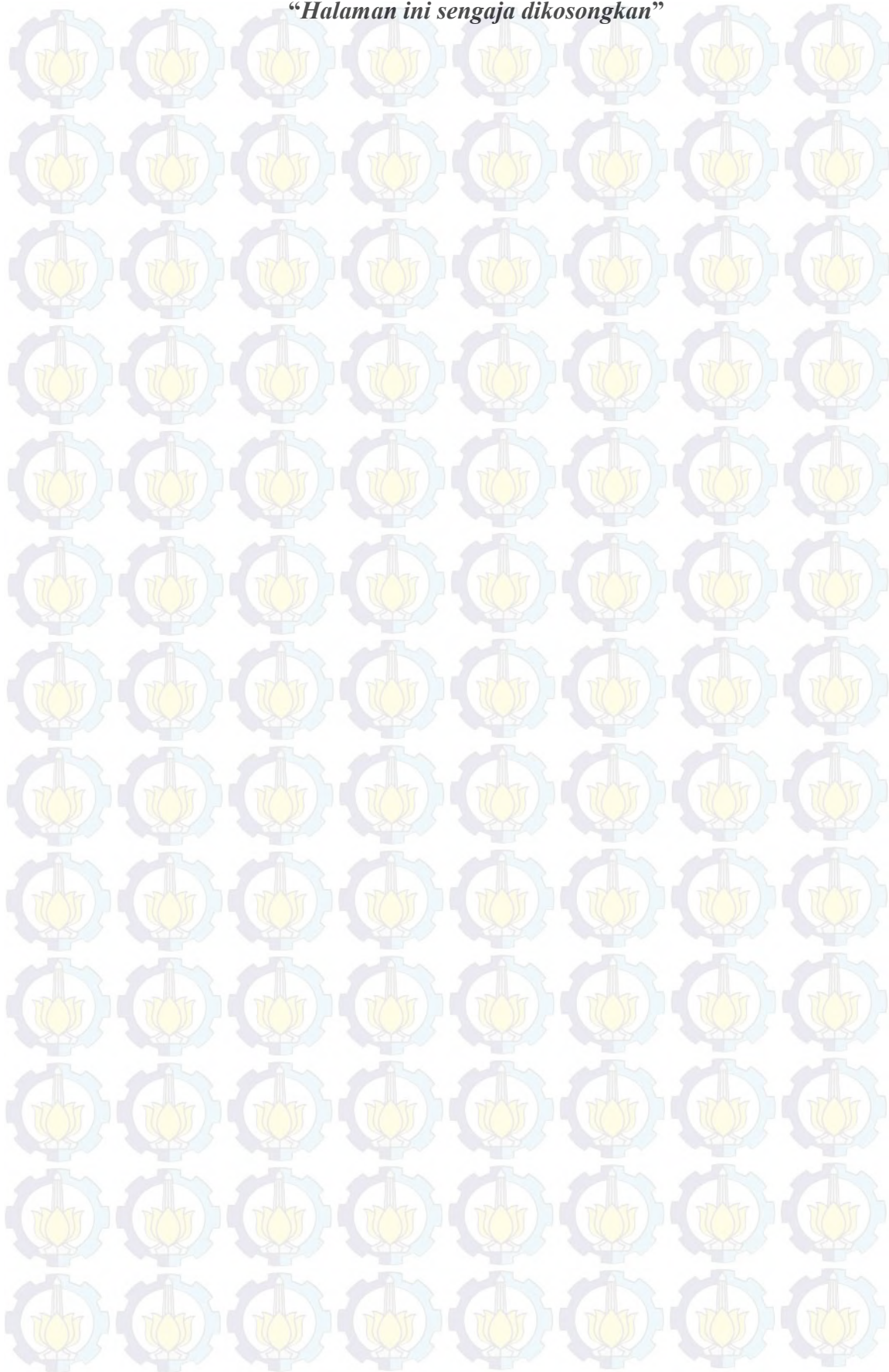
	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
 BAB 1. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	5
 BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Pembelajaran Kimia Berbasis Laboratorium Menggunakan Strategi Pembelajaran Berbasis Masalah (PBL)	7
2.2 Lembar Kerja Praktikum	9
2.3 Biodiesel	11
2.4 Esterifikasi Menggunakan Katalis Asam	12
2.5 Bahan Baku Pembuatan Biodiesel	18
2.5.1 Minyak Kelapa Sawit	18
2.5.2 Minyak Goreng Bekas	19
2.5.3 Alkohol	19
2.5.4 Asam Sulfat	20
2.5.5 Kaolin	21
2.6 Karakterisasi Katalis	23
2.6.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	23
2.6.2 Fourier Transform Infrared (FTIR) atau Spektroskopi	

Inframerah	26
2.6.3 Keasman Permukaan	27
2.7 Karakterisasi Biodiesel	27
2.7.1 <i>Gas Chromatography</i> (GC)	27
2.8 Konsep Pembelajaran Reaksi Organik Pada Pembuatan Biodiesel	27
2.8.1 Metode Pembelajaran Kimia Berbasis Laboratorium	31
2.8.2 Penilaian Pembelajaran Kiimia Berbasis Laboratorium	31
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	35
3.1 Esterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan Katalis Kaolin	35
3.1.1 Preparasi Katalis	35
3.1.2 Reaksi Esterifikasi	36
3.2 Karakterisasi Biodiesel	37
3.2.1 <i>Gas Chromatography</i>	37
3.2.2 Densitas	38
3.3 Pembelajaran Kimia Organik Berbasis Laboratorium	38
3.4 Penyusunan Lembar Kerja Praktikum	40
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	43
4.1 Preparasi Metakaolin dan Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat..	43
4.2 Karakterisasi Metakaolin dan Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat	44
4.2.1 Difraksi Sinar X (XRD)	44
4.2.2 Spektroskopi Infra Merah (FT-IR)	46
4.2.3 Uji Keasaman	48
4.3 Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan katalis Metakaolin	50
4.4 Variasi Kondisi Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas	52
4.4.1 Pengaruh Rasio Molar Minyak:Metanol	52
4.4.2 Pengaruh Waktu Reaksi	54
4.5 Analisis Karakteristik Minyak Goreng Bekas	56
4.5.1 Densitas Biodiesel	56
4.5.2 Uji Nyala	57
4.5.3 Analisis Jenis dan Kandungan Metil Ester	58

4.6 Lembar Kerja Praktikum.....	53
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	61
5.1 Kesimpulan.....	61
5.2 Saran.....	61
DAFTAR PUSTAKA.....	63
LAMPIRAN.....	69



“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Menjadi Metil Ester	12
Gambar 2.2 Mekanisme Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Bebas dengan Metanol Menggunakan Katalis Asam	14
Gambar 2.3 Efek Variasi Waktu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan	15
Gambar 2.4 Pengaruh Jumlah Katalis Terhadap Konversi	16
Gambar 2.5 Biodiesel <i>yield</i> (%) vs waktu (h) untuk rasio molar 1:31 dan 1:23 pada suhu 160°C dan berat katalis 3% selama 2 jam.....	16
Gambar 2.6 Pengaruh Suhu Pada Rasio Molar Minyak dengan Alkohol 1 : 60 Selama 120 menit	17
Gambar 2.7 Pengaruh Waktu Terhadap Konversi Pada Suhu 160°C Menggunakan Rasio Molar Minyak Terhadap Metanol 1 : 60	18
Gambar 2.8 Struktur Kaolin	21
Gambar 2.9 Difraksi sinar X	24
Gambar 2.10 Difraksi sinar X dari Kaolin	24
Gambar 2.11 Bagan Alat Spektroskopi.....	27
Gambar 2.12 Diagram Skema GC	28
Gambar 2.12 Kromatogram Pada Reaksi Esterifikasi-Transesterifikasi Minyak Goreng Jagung Menggunakan Katalis Kaolin	30
Gambar 4.1 Pola Difraksi sinar X dari Kaolin (K), Metakaolin (M), dan Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat (MS)	45
Gambar 4.2 Spektra FTIR dari Kaolin (K), Metakaolin (M), dan Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat (MS).....	47
Gambar 4.3 Spektra FTIR dari sampel M dan MS setelah adsorpsi piridin	49
Gambar 4.4 Usulan mekanisme esterifikasi dengan katalis metakaolin	50
Gambar 4.5 Hasil Esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin	51
Gambar 4.6 Hasil titrasi Biodiesel untuk uji FFA.....	52
Gambar 4.6 Biodiesel Hasil Esterifikasi Minyak Goreng Bekas	52
Gambar 4.8 Pengaruh Waktu Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng bekas dengan katalis metakaolin pada suhu 160°C selama 2 jam.....	55

Gambar 4.9 Pengukuran Densitas dengan Piknometer..... 57

Gambar 4.10 Uji nyala biodiesel..... 57

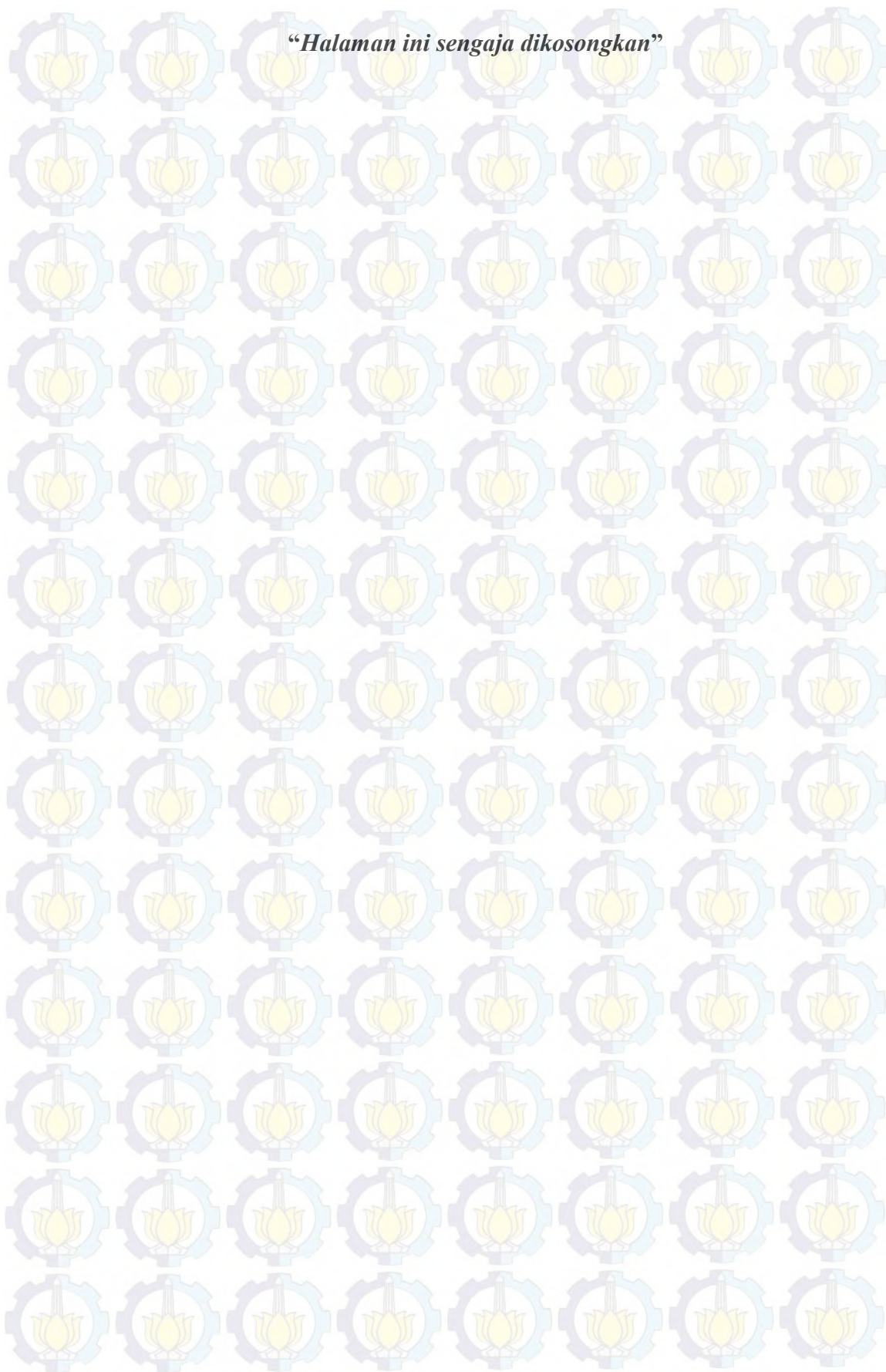
Gambar 4.11 Kromatogram biodiesel yang dihasilkan dari minyak goreng

Bekas dengan katalis metakaolin 3% berat katalis, rasio molar
minyak metanol 1:30, waktu reaksi 2 jam, dan suhu 160°C..... 58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Perbedaan Katalis Homogen dan Heterogen	12
Tabel 2.2 Kadar Asam Lemak dalam Minyak Kelapa Sawit.....	19
Tabel 2.3 Karakteristik Metanol	20
Tabel 2.4 Karakteristik Asam Sulfat.....	20
Tabel 2.5 Perlakuan dari Katalis Kaolin yang Digunakan Untuk Reaksi Esterifikasi	23
Tabel 2.6 Rubrik Penilaian Psikomotor	32
Tabel 2.7 Rubrik Penilaian Afektif	34
Tabel 3.1 Kegiatan yang dapat dilakukan oleh mahasiswa selama praktikum Esterifikasi Minyak Goreng Bekas.....	39
Tabel 3.2 Pemetaan capaian pembelajaran Mata Kuliah Dasar Kimia Organik	41
Tabel 4.1 Identifikasi Puncak-puncak Serapan Hasil Preparasi.....	48
Tabel 4.2 Densitas Biodiesel Minyak Goreng Bekas dengan variasi Minyak:Metanol	56

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

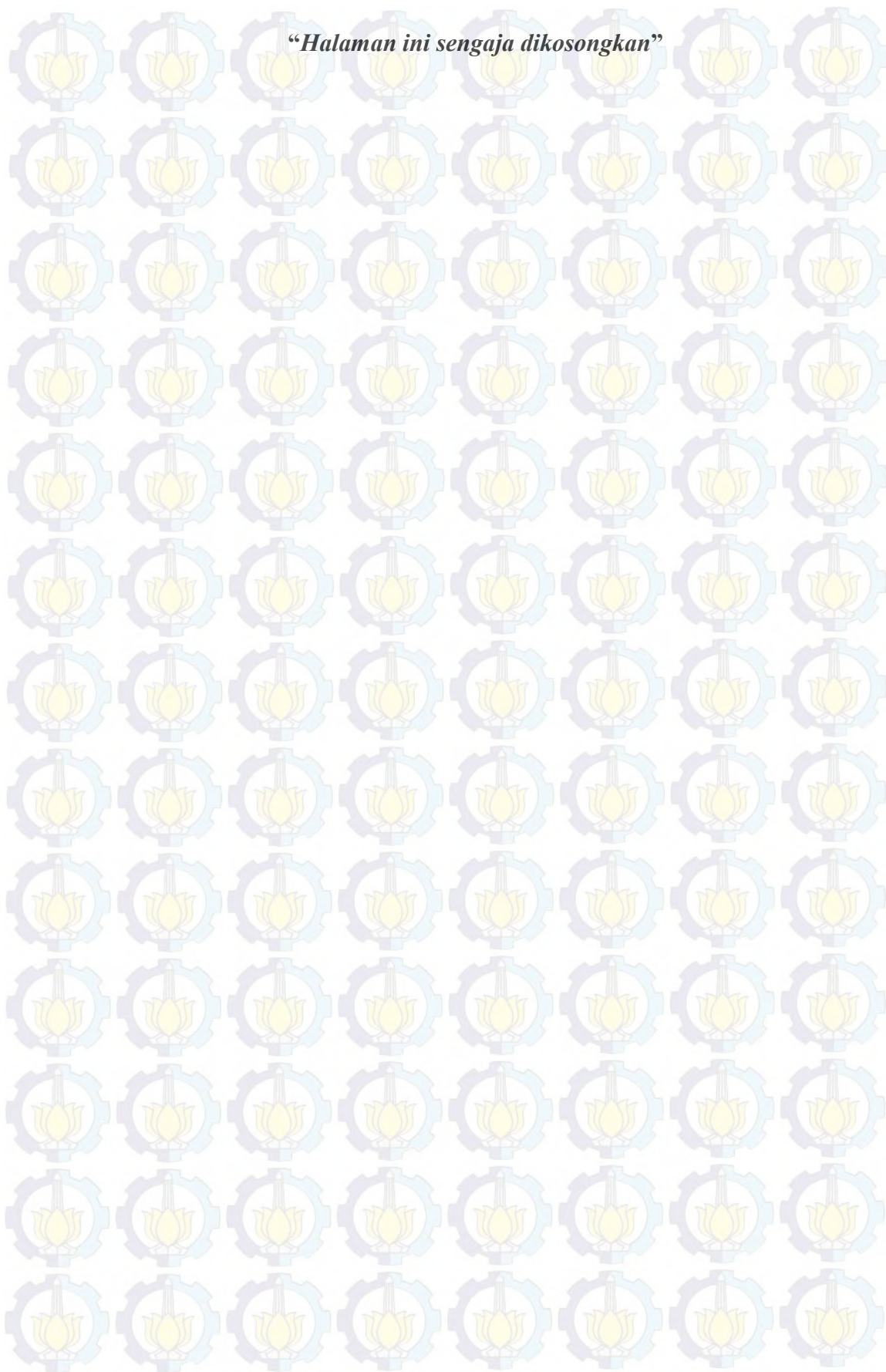




DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Preparasi Katalis Asam Heterogen	69
Lampiran 2 Karakterisasi Katalis	70
Lampiran 3 Esterifikasi Minyak Goreng Bekas Dengan Katalis Asam Heterogen	76

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Konsep dasar kimia diperkenalkan melalui eksperimen. Oleh karena itu, laboratorium berfungsi sebagai tempat berlangsungnya eksperimen untuk memahami berbagai fenomena kimia dalam kehidupan (Hofstein dan Lunetta, 2003). Pembelajaran kimia berbasis laboratorium merupakan salah satu cara untuk mengembangkan keterampilan berpikir kreatif peserta didik diantaranya dengan mempelajari lingkungan dan masalah lingkungan terkini, merencanakan dan merancang sebuah alternatif masa depan yang berkelanjutan (Daskolia, dkk., 2012). Pembelajaran kimia berbasis laboratorium memiliki berbagai kelebihan diantaranya memahami konsep-konsep saintifik, membangkitkan motivasi peserta didik, melatih keterampilan saintifik, melatih kemampuan menyelesaikan masalah, melatih kompetensi, mengembangkan keahlian khususnya *motor skill* atau keahlian motorik, kemampuan untuk mengidentifikasi berbagai variabel dalam suatu eksperimen, memacu perolehan sikap (kejujuran, ketelitian, kemampuan berpikir kreatif, keuletan, dan objektivitas), dan membantu peserta didik mengenal metode saintifik termasuk memecahkan masalah dan menggunakan data untuk membentuk argumen secara empiris (Hofstein dan Lunetta, 2003; Omosewo, 2006; Leite dan Dourado, 2013).

Salah satu model pembelajaran yang dapat diterapkan pada pembelajaran kimia berbasis laboratorium adalah Pembelajaran Berbasis Masalah (PBL). Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Bucholtz (2007), berbagai variasi dalam praktikum di laboratorium dapat mempengaruhi aktivitas PBL. Kesuksesan PBL tergantung pada kemampuannya menghadapi peserta didik dengan masalah-masalah realistik yang akan membantu mereka mengembangkan keterampilan pemecahan masalah dan kemampuan untuk mandiri (Eggen dan Kauchak, 2012).

Pada penelitian ini diambil topik kimia organik. Salah satu permasalahan yang dihadapi pada mata kuliah Dasar Kimia Organik adalah pemahaman peserta didik mengenai konsep reaksi organik. Capaian pembelajaran pada Dasar Kimia Organik, yaitu mampu mendemonstrasikan pengetahuan dan menerapkan prinsip dan konsep kimia, mengakui bahwa prinsip-prinsip kimia dapat diuji secara ilmiah, dan mendemonstrasikan kapasitas belajar mandiri dengan konsep belajar sepanjang hayat. Pembelajaran konsep reaksi organik dapat diterapkan melalui pendekatan kontekstual untuk mengaitkan materi pembelajaran dengan situasi dunia nyata peserta didik, dan mendorong peserta didik membuat hubungan antara pengetahuan yang dimilikinya dengan penerapannya dalam kehidupan mereka sehari-hari (Eggen dan Kauchak, 2012).

Salah satu konsep pembelajaran reaksi organik yang dapat diterapkan kepada peserta didik adalah reaksi pada pembuatan biodiesel berbahan dasar limbah. Sebagian besar peserta didik telah mendengar istilah biodiesel tanpa menyadari bahwa proses pembuatan biodiesel dari limbah minyak nabati merupakan proses yang sederhana. Pendidik dapat mengenalkan konsep pembuatan biodiesel dan memberikan kesempatan kepada peserta didik untuk membuat biodiesel sendiri menggunakan pendekatan analitik (Brown dan Quintana, 2007). Aspek pembelajaran yang tercakup di dalam pembuatan biodiesel, meliputi: biologi, fisika, ekonomi, dan kimia. Aspek pembelajaran ditinjau dari bidang biologi adalah *Global Warming* (Pemanasan Global), fotosintesis, dan pemanfaatan limbah. Aspek pembelajaran ditinjau dari bidang kimia dan fisika adalah titrasi asam basa, reaksi *reversible*, dan reaksi katalitik, serta analisis bahan bakar alternatif, meliputi densitas. Aspek pembuatan biodiesel ditinjau dari bidang ekonomi adalah penggunaan bahan bakar alternatif yang lebih efisien (Bladt, dkk., 2011).

Biodiesel merupakan sumber daya energi terbarukan (*renewable energy*), *biodegradabel*, nilai setana tinggi, *volatile* rendah, bebas sulfur, ramah lingkungan karena tidak ada emisi SO_x dan emisi karbon monoksida rendah, tidak bersifat toksik, viskositas tinggi, memiliki sifat pelumasan baik, tidak perlu modifikasi mesin, dan campuran biodiesel dan bahan bakar diesel dapat meningkatkan efisiensi mesin serta tidak mudah terbakar karena memiliki titik bakar yang relatif

tinggi (Susilo, 2006; Murugesan, dkk., 2008). Biodiesel merupakan sumber alternatif pengganti solar yang terbuat dari minyak nabati atau lemak hewan. Minyak nabati adalah triester asam-asam lemak dengan gliserol atau trigliserida, sedangkan biodiesel adalah monoester asam-asam lemak dengan metanol (Destianna, dkk., 2007). Beberapa jenis minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku produksi biodiesel adalah minyak kelapa sawit, minyak kelapa, minyak kanola, minyak bunga matahari, dan minyak kedelai (Borges dan Diaz, 2012).

Teknologi proses yang dikembangkan untuk membuat biodiesel terbagi menjadi tiga bagian. Pertama melalui proses esterifikasi asam lemak bebas oleh alkohol dengan katalis asam, kedua melalui proses transesterifikasi trigliserida oleh alkohol dengan katalis basa, dan ketiga melalui proses "Estrans" (esterifikasi-transesterifikasi) dengan katalis asam dan basa (Wang, dkk., 2007). Pembuatan biodiesel dari minyak nabati murni dapat dilakukan dengan menggunakan katalis asam atau basa. Akan tetapi, pembuatan biodiesel dari minyak yang mempunyai kandungan asam lemak bebas tinggi merupakan tantangan yang perlu diperkenalkan kepada peserta didik (Bladt, dkk., 2011). Metode untuk produksi biodiesel dari bahan dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi adalah esterifikasi untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester, dilanjutkan transesterifikasi untuk mengkonversi trigliserida menjadi metil ester (Sutijan dan Budiman, 2013).

Katalis asam homogen yang biasanya digunakan pada proses esterifikasi adalah asam klorida (HCl) atau asam sulfat (H_2SO_4) (Drapcho, dkk., 2008). Katalis asam homogen berupa H_2SO_4 karena mempunyai aktivitas katalitik yang baik (McKetta, 1983). Katalis homogen mempunyai beberapa kelebihan, yaitu hasil reaksi tinggi, waktu reaksi singkat, suhu reaksi rendah, dan ekonomis. Namun, penggunaan katalis homogen mempunyai beberapa kelemahan, yaitu: sulit dipisahkan setelah reaksi, dapat merusak lingkungan, bersifat korosif, dan menghasilkan limbah beracun (Perego dan Villa., 1997; Carmo, dkk., 2009; Yan, dkk., 2009).

Penggunaan katalis heterogen memberikan banyak keuntungan, yaitu: katalis ini dapat dengan mudah dipisahkan dari campuran reaksi tanpa

menggunakan pelarut, mudah diregenerasi, tidak bersifat toksik, lebih murah, dan lebih ramah lingkungan (Perego dan Villa., 1997; Carmo, dkk., 2009; Yan, dkk., 2009). Katalis heterogen yang berasal dari bahan alam yang mudah tersedia di pasaran adalah kaolin. Kaolin yang diaktivasi secara termal pada suhu 800°C selama 10 jam digunakan sebagai katalis asam pada pembuatan biodiesel menggunakan minyak goreng jagung melalui reaksi esterifikasi-transesterifikasi. Metil ester yang dihasilkan sebesar 92,5% (Ortiz, dkk., 2011).

Upaya untuk meningkatkan keasaman dan aktivitas katalis kaolin dalam reaksi esterifikasi asam oleat dilakukan dengan cara mengkalsinasi kaolin pada suhu 950°C dan hasil kalsinasi diaktivasi dengan larutan H₂SO₄ 4M. Konversi asam lemak bebas yang dihasilkan sebesar 95,3% (Nascimento, dkk., 2011b). Kaolin yang dikalsinasi dengan suhu 850°C dan diaktivasi dengan H₂SO₄ 4M melalui radiasi *microwave* pada reaksi esterifikasi asam oleat menghasilkan konversi asam lemak bebas sebesar 96,5% (Oliveira, dkk., 2013). Katalis kaolin yang diaktivasi dengan asam fosfat pada perbedaan konsentrasi dan waktu aktivasi terhadap reaksi esterifikasi asam laurat menghasilkan konversi asam lemak bebas antara 91,63% dan 96,67% (Zatta, dkk., 2013).

Konsep reaksi esterifikasi pada mata kuliah Dasar Kimia Organik dapat diterapkan melalui pembelajaran kimia di Laboratorium. Untuk menunjang kelancaran pembelajaran kimia di laboratorium diperlukan media pembelajaran yang dapat membantu peserta didik dalam memahami konsep reaksi esterifikasi. Salah satu media yang dikembangkan adalah Lembar Kerja Praktikum Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan Katalis Asam Heterogen pada Pembuatan Biodiesel.

1.2 Perumusan Masalah

Konsep reaksi esterifikasi pada mata kuliah Dasar Kimia Organik dapat diterapkan melalui pembelajaran kimia di Laboratorium. Salah satu penerapan konsep reaksi esterifikasi dapat diwujudkan melalui eksperimen reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis asam heterogen pada proses pembuatan biodiesel. Oleh karena itu, timbul perumusan masalah mengenai bagaimana

mengemas lembar kerja praktikum yang dapat memudahkan peserta didik memahami konsep reaksi esterifikasi.

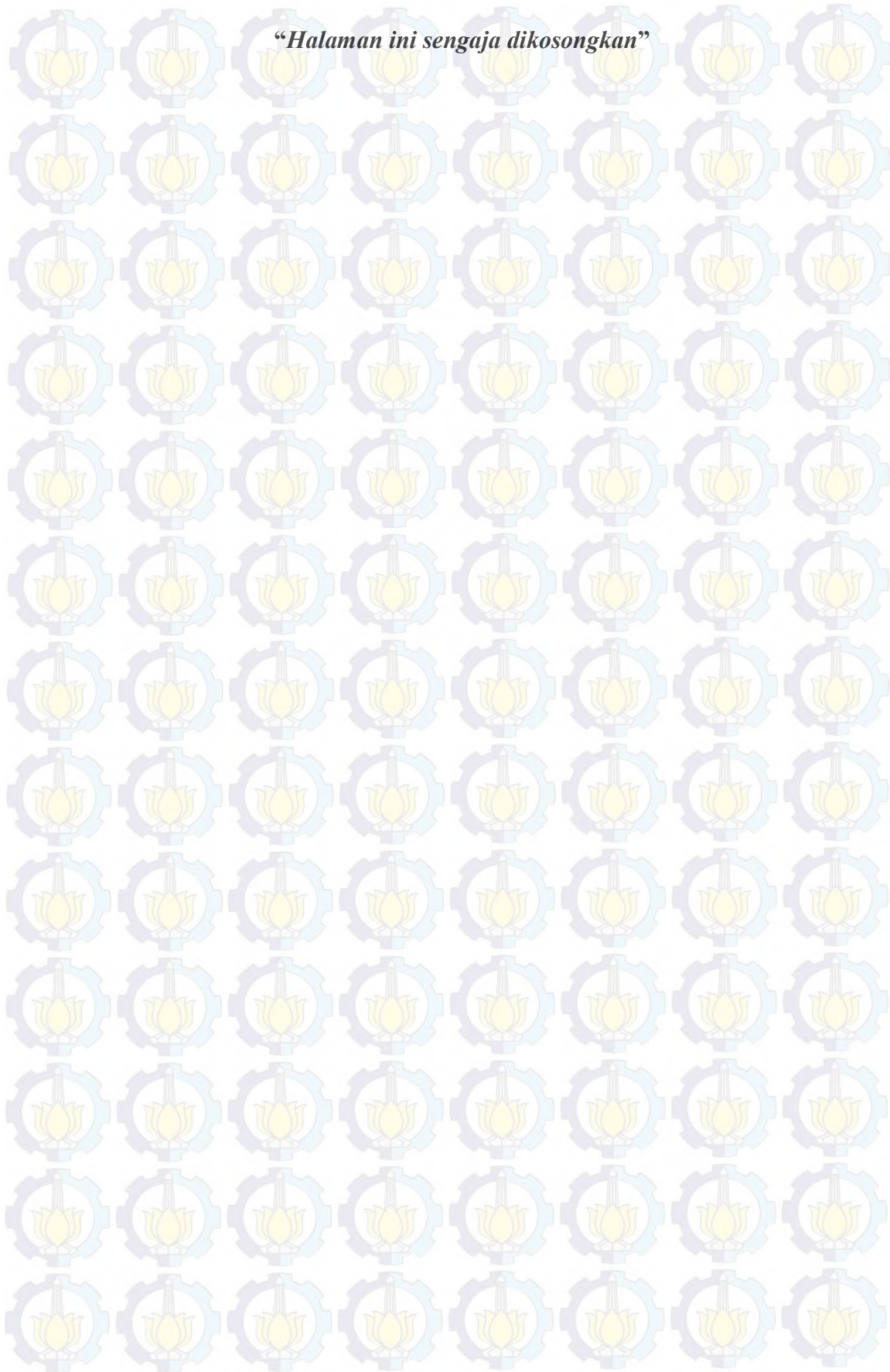
1.3 Tujuan penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan data pengamatan reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis asam heterogen yang digunakan sebagai bahan penyusunan lembar kerja praktikum dan pembelajaran kimia organik.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah sebagai sarana penyedia media pembelajaran kimia, yaitu media pembelajaran berbasis laboratorium. Selain itu, penelitian ini memberikan kontribusi positif untuk mengatasi permasalahan lingkungan.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB 2

KAJIAN PUSTAKA

2.1 Pembelajaran Kimia Berbasis Laboratorium Menggunakan Strategi Pembelajaran Berbasis Masalah (PBL)

Pembelajaran kimia berbasis laboratorium merupakan salah satu cara untuk mengembangkan keterampilan berpikir kreatif peserta didik, diantaranya dengan mempelajari lingkungan dan masalah lingkungan terkini, merencanakan dan merancang sebuah alternatif masa depan yang berkelanjutan (Daskolia, dkk., 2012). Pembelajaran kimia berbasis laboratorium memiliki berbagai kelebihan, diantaranya memahami konsep-konsep saintifik, membangkitkan motivasi peserta didik, melatih keterampilan saintifik, melatih kemampuan menyelesaikan masalah, melatih kompetensi, mengembangkan keahlian khususnya *motor skill* atau keahlian motorik, kemampuan untuk mengidentifikasi berbagai variabel dalam suatu eksperimen, memacu perolehan sikap (kejujuran, ketelitian, kemampuan berpikir kreatif, keuletan, dan objektivitas), dan membantu peserta didik mengenal metode saintifik termasuk memecahkan masalah dan menggunakan data untuk membentuk argumen secara empiris (Hosfstein dan Lunetta, 2003; Omosewo, 2006; Leite dan Dourado, 2013).

Salah satu model pembelajaran yang dapat diterapkan pada pembelajaran kimia berbasis laboratorium adalah *Problem-based Learning* atau Pembelajaran Berbasis Masalah (PBL). Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Bucholtz (2007), berbagai variasi dalam praktikum di laboratorium dapat mempengaruhi aktivitas PBL. PBL memiliki tiga karakteristik, diantaranya pelajaran berfokus pada memecahkan masalah, tanggung jawab untuk memecahkan masalah bertumpu pada peserta didik (*student centered*), dan pendidik mendukung proses saat peserta didik mengerjakan masalah. Model PBL dapat efektif untuk meningkatkan motivasi peserta didik karena mereka memanfaatkan efek motivasi dari rasa ingin tahu, tantangan, tugas autentik, keterlibatan, dan otonom. Kegiatan-kegiatan PBL juga memanfaatkan efek motivasi dari tugas autentik, yaitu kegiatan-kegiatan belajar yang menuntut pemahaman yang bisa digunakan di luar kelas. Tugas autentik memotivasi karena membantu peserta didik melihat

konsep dan proses abstrak terkait dengan dunia nyata (Eggen dan Kauchak, 2012). Menurut Wahyuni dan Widiarti (2010), PBL dapat membangkitkan semangat peserta didik dalam memecahkan masalah, memacu terjadinya diskusi kelompok, dan mengembangkan belajar mandiri.

Untuk membantu peserta didik dalam menyelesaikan masalah yang realistik, PBL terjadi dalam empat fase, yaitu :

a. Mereview dan menyajikan masalah

Pendidik mereview pengetahuan dengan cara melakukan pendekatan kontekstual (*Contextual Teaching and Learning*), yaitu konsep belajar yang membantu pendidik mengaitkan antara materi yang diajarkan dan situasi dunia nyata peserta didik serta mendorong peserta didik membuat hubungan antara pengetahuan yang dimilikinya dengan penerapannya dalam kehidupan mereka sebagai anggota keluarga dan masyarakat (Wahyuni dan Widiarti, 2010). Pendekatan kontekstual dapat dilakukan dengan memberikan salah satu contoh permasalahan yang ada di Indonesia, yaitu kebutuhan bahan bakar minyak yang semakin meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah penduduk. Oleh karena itu, diperlukan bahan bakar alternatif untuk menangani krisis energi (Susilo, 2006). Bahan bakar alternatif yang dapat diperkenalkan kepada peserta didik adalah biodiesel. Pendidik dapat mengenalkan konsep pembuatan biodiesel dan memberikan kesempatan kepada peserta didik untuk membuat biodiesel sendiri menggunakan pendekatan analitik (Brown dan Quintana, 2007).

b. Menyusun Strategi

Peserta didik menyusun strategi untuk memecahkan masalah. Strategi yang berpusat pada peserta didik dapat membangun keterampilan berpikir kritis, meningkatkan kreativitas, dan kemandirian peserta didik (Wahyuni dan Widiarti, 2010). Peserta didik memanfaatkan minyak goreng bekas sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Peserta didik menyusun strategi reaksi esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan variasi waktu yang sudah ditentukan. Pendidik memfasilitasi proses pembelajaran dengan memberikan bimbingan dan arahan kepada peserta didik apabila diperlukan. Pendidik membantu peserta didik berperan sebagai

problem-solver. Peserta didik akan menjadi pembelajar yang mandiri dan mampu memecahkan masalah-masalah kompleks yang dihadapi.

c. Menerapkan strategi

Peserta didik menerapkan strategi untuk menyelesaikan masalah yang telah ditentukan. Peserta didik melakukan eksperimen sesuai dengan alur penelitian yang dibuat dengan dibimbing oleh pendidik.

d. Membahas dan mengevaluasi hasil.

Pendidik membimbing diskusi tentang upaya siswa dan hasil yang mereka dapatkan. Pada tahap ini, setiap kelompok diberi kesempatan menyajikan laporan pemecahan masalah di dalam kelas dalam bentuk persentasi. Pendidik memberi penilaian perihal penyajian laporan setiap kelompok dan kemampuan kelompok dalam mempertahankan pemecahan masalah yang dibuatnya.

Untuk menunjang kelancaran pembelajaran kimia di laboratorium melalui PBL diperlukan media pembelajaran yang dapat membantu peserta didik dalam memahami konsep reaksi esterifikasi. Salah satu media yang dikembangkan adalah lembar kerja praktikum kimia katalis pada esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis asam heterogen pada proses pembuatan biodiesel.

2.2 Lembar Kerja Praktikum

Menurut Depdiknas (2008), materi pembelajaran yang menyediakan aktivitas berpusat pada peserta didik dapat dikemas dalam bentuk Lembar Kerja Siswa (LKS). Isi LKS sebaiknya menyajikan suatu fenomena yang bersifat konkret, sederhana, dan berkaitan dengan konsep yang akan dipelajari. Peserta didik diajak untuk mengkonstruksi pengetahuan yang didapatnya tersebut berdasarkan pengamatan. Siswa dilatih untuk menerapkan konsep yang telah dipelajari tersebut dalam kehidupan sehari-hari. Hal ini bertujuan untuk melatih kemampuan merancang dan melaksanakan percobaan.

Tugas-tugas yang diberikan kepada peserta didik dapat berupa teoritis dan atau tugas-tugas praktis. Tugas teoritis dapat berupa tugas membaca sebuah artikel tertentu sedangkan tugas praktis dapat berupa kerja laboratorium. Prosedur kerja di laboratorium disusun dalam bentuk lembar kerja praktikum. Keuntungan adanya lembar kerja praktikum adalah memudahkan pendidik dalam

melaksanakan pembelajaran dan peserta didik akan belajar secara mandiri serta belajar memahami dan menjalankan suatu tugas tertulis.

Struktur lembar kerja praktikum mengacu pada struktur LKS, yaitu:

a. Judul

Judul LKS ditentukan atas dasar Kompetensi Dasar (KD), materi-materi pokok atau pengalaman belajar yang terdapat dalam kurikulum. Satu KD dapat dijadikan sebagai judul modul apabila kompetensi itu tidak terlalu besar.

b. Petunjuk belajar (Petunjuk siswa)

Petunjuk belajar dalam lembar kerja praktikum dapat berupa tata tertib di dalam laboratorium dan informasi tentang zat-zat berbahaya.

c. Kompetensi yang akan dicapai

Biasanya dalam menentukan materi dianalisis dengan cara melihat materi pokok dan pengalaman belajar dari materi yang akan diajarkan, kemudian kompetensi yang harus dimiliki oleh siswa.

d. Informasi pendukung

LKS dapat berupa informasi pendukung, yaitu gambaran umum atau ruang lingkup substansi yang akan dipelajari. Materi dapat diambil dari berbagai sumber seperti buku, majalah, internet, jurnal hasil penelitian. Isi materi lembar kerja praktikum ini adalah biodiesel dan proses pembuatan biodiesel reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam homogen dan heterogen.

e. Tugas-tugas dan langkah-langkah kerja

Tugas-tugas harus ditulis secara jelas guna mengurangi pertanyaan dari siswa tentang hal-hal yang seharusnya siswa dapat melakukannya

f. Penilaian

Penilaian dilakukan terhadap proses kerja dan hasil kerja peserta didik. Penilaiannya didasarkan pada penguasaan kompetensi, maka alat penilaian yang cocok adalah menggunakan pendekatan Penilaian Acuan Patokan (PAP) atau *Criterion Referenced Assesment*. Pendidik dapat menilainya melalui proses dan hasil kerjanya.

2.3 Biodiesel

Biodiesel merupakan sumber daya energi terbarukan (*renewable energy*), *biodegradabel*, nilai setana tinggi, *volatile* rendah, bebas sulfur, ramah lingkungan karena tidak ada emisi SO_x dan emisi karbon monoksida rendah, tidak bersifat toksik, viskositas tinggi, memiliki sifat pelumasan baik, tidak perlu modifikasi mesin, dan campuran biodiesel dan bahan bakar diesel dapat meningkatkan efisiensi mesin serta tidak mudah terbakar karena memiliki titik bakar yang relatif tinggi (Susilo, 2006; Murugesan, dkk., 2008). Biodiesel merupakan sumber alternatif pengganti solar yang terbuat dari minyak nabati atau lemak hewan. Minyak nabati adalah triester asam-asam lemak dengan gliserol atau trigliserida, sedangkan biodiesel adalah monoester asam-asam lemak dengan metanol (Destianna, dkk., 2007). Beberapa jenis minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku produksi biodiesel adalah minyak kanola, minyak kelapa, minyak kelapa sawit (*Palm Oil*), minyak bunga matahari, dan minyak kedelai (Borges dan Diaz, 2012).

Teknologi proses yang dikembangkan untuk membuat biodiesel terbagi menjadi tiga bagian. Pertama melalui proses esterifikasi asam lemak bebas oleh alkohol dengan katalis asam, kedua melalui proses transesterifikasi trigliserida oleh alkohol dengan katalis basa, dan ketiga melalui proses "Estrans" (esterifikasi-transesterifikasi) dengan katalis asam dan basa (Wang, dkk., 2007). Pembuatan biodiesel dari minyak nabati murni dapat dilakukan dengan menggunakan katalis asam atau basa. Akan tetapi, pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit yang mempunyai kandungan asam lemak bebas yang tinggi merupakan tantangan yang perlu diperkenalkan kepada peserta didik (Bladt, dkk., 2011). Metode untuk pembuatan biodiesel dari bahan dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi adalah esterifikasi untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester, dilanjutkan transesterifikasi untuk mengkonversi trigliserida menjadi metil ester (Sutijan dan Budiman, 2013).

Beberapa standar biodiesel ASTM D6751 (ASTM = *American Society for Testing and Material*) dan standar Eropa EN biodiesel 14214. Hal ini ditandai dengan menentukan sifat fisik dan bahan bakar termasuk densitas, viskositas, nilai iodin, nilai asam, *cloud point*, *pour point*, *flash point*, dan volatilitas. Biodiesel

memiliki bilangan setana yang lebih tinggi (sekitar 50) dari diesel. Bilangan setana merupakan indikator yang umum digunakan untuk penentuan kualitas bahan bakar diesel, terutama kualitas pengapian. Kualitas pengapian adalah salah satu sifat biodiesel yang ditentukan oleh struktur dari komponen metil ester asam lemak (Balat, dkk., 2010).

2.4 Esterifikasi Menggunakan Katalis Asam

Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Reaksi esterifikasi merupakan reaksi yang *reversible*, dimana asam lemak bebas bereaksi dengan alkohol dengan bantuan katalis asam. Reaksi esterifikasi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Menjadi Metil Ester (Destianna, dkk., 2007).

Reaksi esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak asam lemak bebas tinggi (berangka asam ≥ 5 mg-KOH/g) (Destianna, dkk., 2007).

Penelitian sebelumnya menyebutkan bahwa reaksi esterifikasi minyak yang mengandung asam lemak bebas tinggi menggunakan katalis asam kuat. Terdapat perbedaan antara katalis homogen dan heterogen seperti ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Perbedaan Katalis Homogen dan Heterogen

Faktor	Katalis Homogen	Katalis Heterogen
Fasa Katalis	Fasanya sama dengan reaktan	Fasanya berbeda dengan reaktan
Laju reaksi	Lebih cepat	Umumnya lebih lambat
Sifat	Bersifat korosif	Tidak bersifat korosif
Setelah digunakan	Sulit dipisahkan dari produk	Mudah dipisahkan dari produk
Biaya	Lebih mahal	Lebih murah

Sumber : Perego dan Villa., 1997; Carmo, dkk., 2009; Yan, dkk., 2009

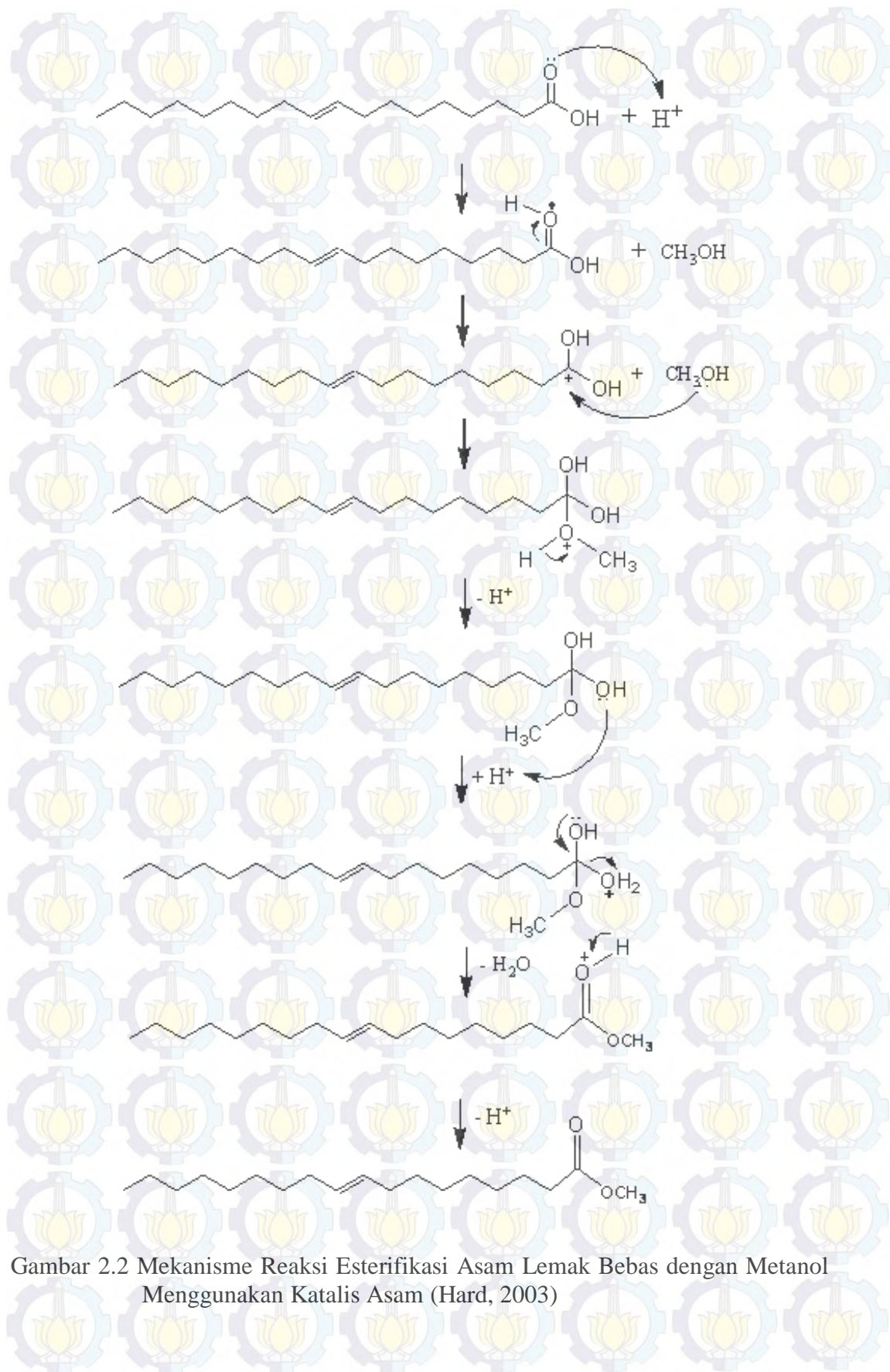
Katalis asam homogen yang biasanya digunakan pada proses esterifikasi adalah HCl atau H_2SO_4 (Drapcho, dkk., 2008). Katalis asam heterogen yang telah digunakan dalam esterifikasi minyak yang mempunyai kadar asam lemak bebas yang cukup tinggi diantaranya Al-MCM-41 (Carmo, dkk., 2009) dan kaolin yang sudah dikalsinasi pada suhu 800°C selama 10 jam (Ortiz, dkk., 2011).

Mekanisme reaksi esterifikasi asam lemak bebas dengan metanol menggunakan katalis asam ditunjukkan pada Gambar 2.2. Langkah pertama menjelaskan bahwa gugus karbonil dari asam terprotonasi secara reversibel dan katalis asam bekerja. Protonasi meningkatkan muatan positif pada karbon karboksil dan menambah reaktivitasnya terhadap nukleofil. Langkah kedua menjelaskan bahwa alkohol sebagai nukleofil menyerang karbon karbonil dari asam yang terprotonasi sehingga terbentuk ester. Langkah ketiga dan keempat merupakan langkah kesetimbangan dimana oksigen lepas atau memperoleh proton. Kesetimbangan asam basa bersifat *reversibel* dan berlangsung cepat serta terus menerus berjalan dalam larutan bersuasana asam dari senyawa yang mengandung oksigen. Pada langkah kelima, terjadi pembentukan air, yaitu satu produk dari reaksi keseluruhan. Gugus OH harus terprotonasi untuk meningkatkan kapasitas gugus perginya. Langkah keenam merupakan langkah deprotonasi menghasilkan ester dan meregenerasi katalis asam (Hard, 2003).

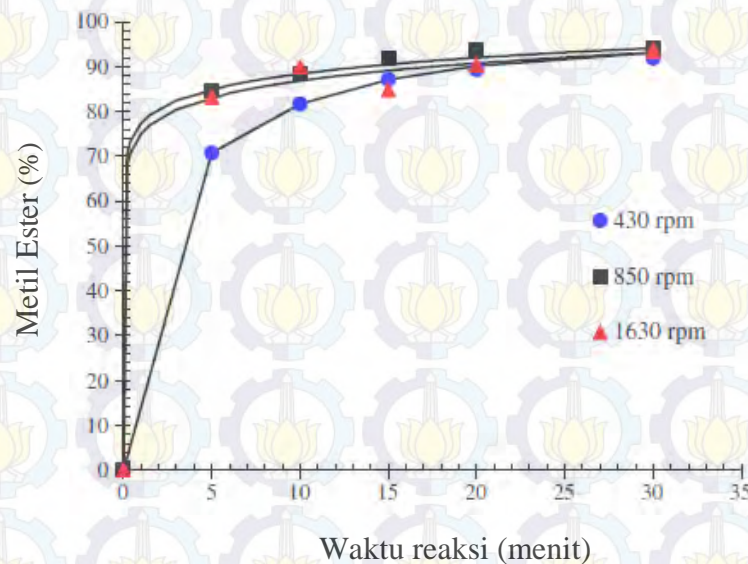
Reaksi esterifikasi minyak yang mengandung asam lemak bebas tinggi dipengaruhi oleh beberapa parameter, yaitu:

a. Kecepatan pengadukan

Kecepatan pengadukan pada reaksi esterifikasi berpengaruh pada hasil konversi asam lemak bebas. Semakin tinggi kecepatan pengadukan, maka konversi hasil reaksi juga semakin meningkat. Hal ini seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.2 Mekanisme Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Bebas dengan Metanol Menggunakan Katalis Asam (Hard, 2003)



Gambar 2.3 Efek Variasi Waktu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan (Alenezi, dkk., 2010)

Kecepatan pengadukan dalam reaksi esterifikasi mempunyai batas maksimum untuk mencapai konversi yang maksimum. Hal ini disebabkan karena dengan kecepatan pengadukan yang berlebih, maka akan memperkecil batas transfer massa dalam reaksi esterifikasi (Alenezi, dkk., 2010).

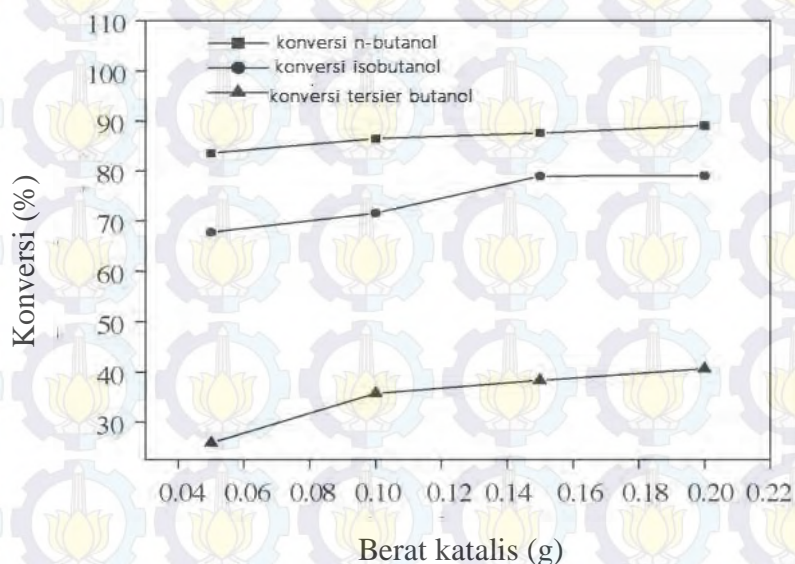
b. Jumlah katalis

Jumlah katalis juga dapat mempengaruhi konversi hasil reaksi. Peningkatan jumlah katalis yang digunakan dalam reaksi esterifikasi menyebabkan konversi hasil esterifikasi juga akan meningkat, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.4. Namun, peningkatan ini tidak terlalu tinggi. Hal ini disebabkan karena sifat hidrofobik dari alkohol akan berkurang dengan meningkatnya jumlah katalis yang digunakan dalam reaksi (Jermy dan Pandurangan, 2005).

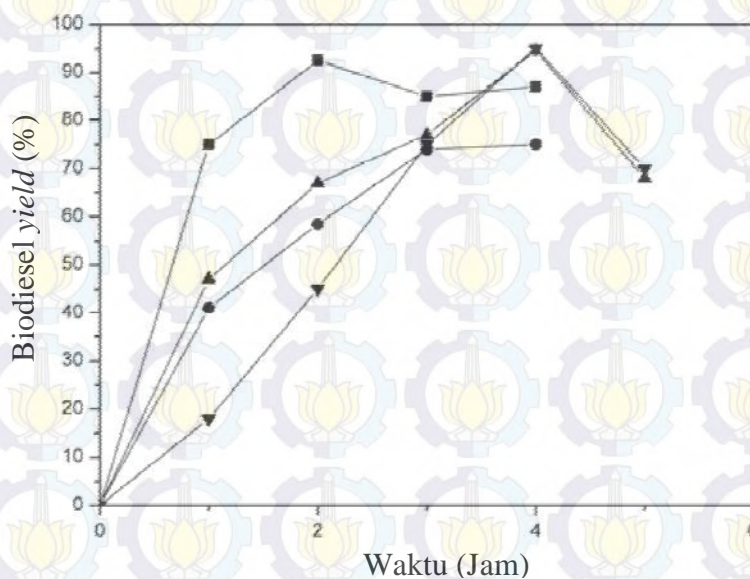
c. Rasio molar alkohol terhadap minyak

Rasio optimum antara alkohol dengan minyak yang digunakan dapat berbeda tergantung kualitas minyak dan jenis minyak nabati yang digunakan. Yan, dkk., (2009) melaporkan bahwa peningkatan rasio molar metanol terhadap minyak kedelai mengakibatkan metil ester yang dihasilkan juga meningkat. Ketika rasio molar metanol meningkat dari 18 ke 24, metil ester yang dihasilkan

juga mengalami peningkatan yang luar biasa, hingga mencapai 95,6% selama 30 menit. Kelebihan jumlah metanol diperlukan untuk menggeser posisi kesetimbangan ke pembentukan produk. Ortiz, dkk.,(2011) melaporkan bahwa reaksi transesterifikasi minyak jagung dengan rasio molar minyak terhadap metanol sebesar 1:31 dan 1:23 menghasilkan metil ester sebesar 92,6% dan 67% selama 2 jam, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5.



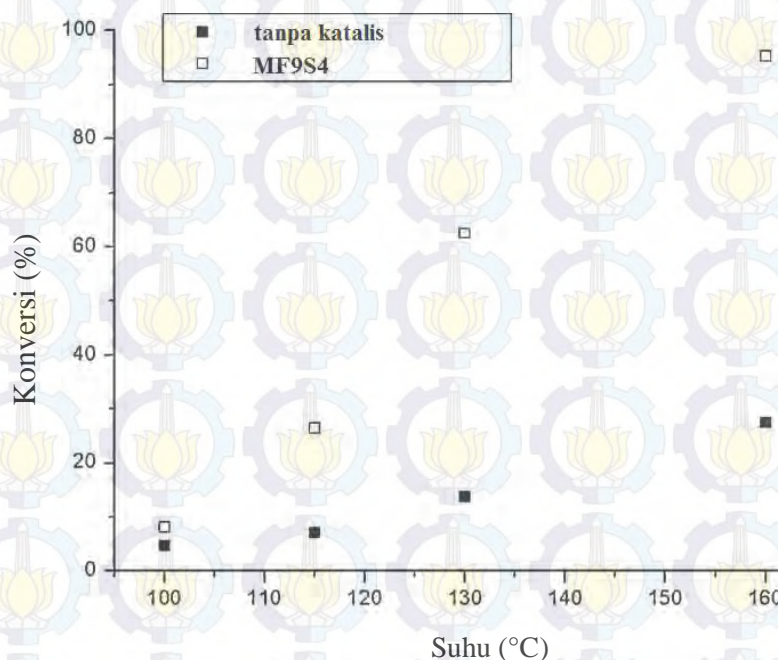
Gambar 2.4 Pengaruh Jumlah Katalis Terhadap Konversi (Jermy dan Pandurangan, 2005).



Gambar 2.5 Biodiesel yield (%) vs waktu (h) untuk rasio molar 1 : 31 ■ dan 1 : 23 ▲ pada suhu 160°C dan 3% berat katalis selama 2 jam (Ortiz, dkk., 2011).

d. Suhu reaksi

Suhu yang lebih tinggi menyebabkan molekul yang bereaksi mudah bertumbukan satu sama lain (Issariyakul dan Dalay, 2014). Semakin tinggi suhu, maka metil ester yang dihasilkan di dalam reaksi esterifikasi juga semakin meningkat ditunjukkan pada Gambar 2.6.



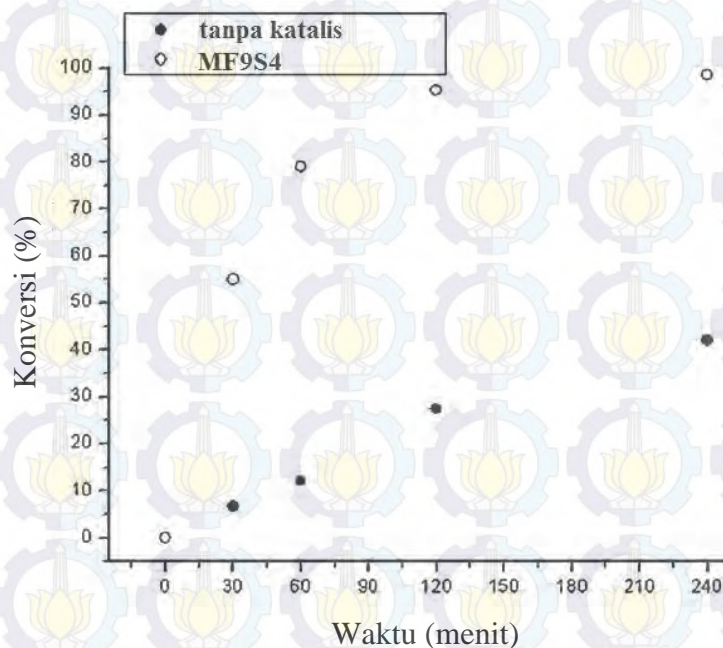
Gambar 2.6 Pengaruh Suhu Pada Rasio Molar Minyak dengan Alkohol 1 : 60 Selama 120 menit (Nascimento dkk., 2011a).

Reaksi esterifikasi asam oleat menggunakan katalis kaolin *flint* Amazon pada suhu 100°C dan 160°C menghasilkan metil ester, masing-masing sebesar 13,5% dan 98,9% (Nascimento, dkk., 2011a).

e. Waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar sehingga akan menghasilkan konversi yang besar. Jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak meningkatkan hasil reaksi. Pernyataan ini, sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Nascimento, dkk., (2011a) bahwa laju reaksi esterifikasi asam oleat menggunakan katalis kaolin *flint* Amazon mengalami peningkatan selama 2 jam

dan konversi metil ester yang dihasilkan juga meningkat seperti ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Pengaruh Waktu Terhadap Konversi Pada Suhu 160°C Menggunakan Rasio Molar Minyak Terhadap Metanol 1 : 60 (Nascimento, dkk., 2011a).

2.5 Bahan Baku Pembuatan Biodiesel

2.5.1 Minyak Kelapa Sawit

Potensi kelapa sawit di dunia sangat besar. Hal ini ditandai dengan perolehan kelapa sawit yang mencapai 5000 kg per hektar per tahun. Kelapa sawit dapat menghasilkan minyak kelapa sawit atau yang biasa disebut dengan *Palm Oil*. *Palm Oil* dapat digunakan sebagai pengganti bahan bakar diesel. Keunggulan *Palm Oil* sebagai bahan baku biodiesel adalah kandungan asam lemak jenuh yang tinggi sehingga akan menghasilkan angka setana yang tinggi. Komponen terbesar asam lemak di dalam minyak sawit adalah asam palmitat dan asam oleat seperti ditunjukkan dalam Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Kadar Asam Lemak dalam Minyak Kelapa Sawit

Asam Lemak	Rumus Molekul	Komposisi Berat (%)	Jenis Asam lemak
Asam Palmitat	$C_{16}H_{32}O_2$	44,3%	Jenuh
Asam Stearat	$C_{18}H_{36}O_2$	4,6%	Jenuh
Asam Miristat	$C_{14}H_{28}O_2$	1%	Jenuh
Asam Oleat	$C_{18}H_{38}O_2$	38,7%	Tidak Jenuh
Asam Linoleat	$C_{18}H_{32}O_2$	10.5%	Tidak jenuh
Lainnya		0,9%	

Sumber: Departemen Perindustrian, 2007

2.5.2 Minyak Goreng Bekas

Limbah minyak goreng dari rumah tangga, industri, dan restoran dapat menimbulkan kerugian dari aspek kesehatan manusia dan lingkungan. Penggunaan minyak goreng berulang kali (lebih dari dua kali) pada suhu tinggi ($160^{\circ}\text{C} - 180^{\circ}\text{C}$) akan mengakibatkan hidrolisis lemak menjadi asam lemak bebas yang mudah teroksidasi. Minyak menjadi tengik dan membentuk asam lemak yang dapat mengakibatkan gangguan kesehatan. Untuk itu perlu penanganan yang tepat agar limbah minyak goreng ini dapat bermanfaat dan tidak menimbulkan kerugian dari aspek kesehatan manusia dan lingkungan. Limbah minyak goreng dapat digunakan sebagai bahan baku untuk membuat biodiesel yang murah (Jacobson, dkk., 2009).

2.5.3 Alkohol

Alkohol yang digunakan harus memiliki kemurnian yang tinggi. Alkohol yang umumnya digunakan adalah metanol karena harganya lebih murah dan mempunyai keunggulan dilihat dari sifat fisika dan kimianya yaitu lebih polar dan rantai karbonnya lebih pendek dibandingkan dengan etanol (Helwani, dkk., 2009). Metanol mempunyai bilangan oktan yang tinggi. Metanol merupakan zat liquid yang tidak berwarna, larut sempurna dalam air, dan pelarut organik. Karakteristik metanol seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Karakteristik Metanol

Karakteristik	Nilai
Berat Molekul	32,042 kg/k.mol
Densitas Relatif	0,7918 g/cm ³
Titik Leleh	-97,7°C
Titik Didih	64,6°C
Suhu Kritis	512,6K

Sumber : Othmer, 1990.

2.5.4 Asam Sulfat

Katalis asam homogen yang biasanya digunakan pada proses esterifikasi adalah HCl atau H₂SO₄ (Drapcho, dkk., 2008). Katalis asam homogen berupa H₂SO₄ karena mempunyai aktivitas katalitik yang baik (McKetta, 1983). Katalis homogen mempunyai beberapa kelebihan, yaitu hasil reaksi tinggi, waktu reaksi singkat, suhu reaksi rendah, dan ekonomis. Namun, penggunaan katalis homogen mempunyai beberapa kelemahan, yaitu: sulit dipisahkan setelah reaksi, dapat merusak lingkungan, bersifat korosif, dan menghasilkan limbah beracun (Helwani, dkk., 2009; Yan, dkk., 2009).

Asam sulfat merupakan cairan yang tidak berwarna, bersifat korosif, sangat larut dalam air, sangat reaktif, dapat menimbulkan sifat toksik, nyala, dan ledakan. Beberapa karakteristik asam sulfat ditunjukkan pada Tabel 2.5. Bladt, dkk., (2011) melaporkan bahwa pembuatan biodiesel dari limbah minyak menggunakan katalis asam lebih cepat daripada minyak baru. Hal ini disebabkan kemampuan minyak terdegradasi menyediakan transfer antar fasa yang lebih baik dan laju reaksi esterifikasi lebih cepat daripada reaksi transesterifikasi.

Tabel 2.4 Karakteristik Asam Sulfat

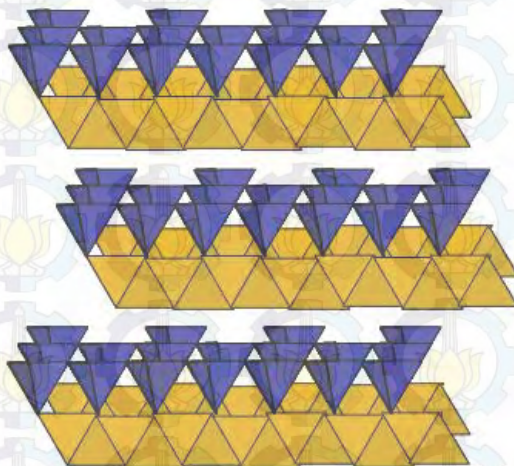
Karakteristik	Nilai
Konsentrasinya dalam air	98,33%
Titik Didih	338°C
Titik Beku	10°C

Sumber: *Chemistry of Hazardous Materials*, 1989

2.5.5 Kaolin

Nama "kaolin" berasal dari kata Kau-Ling, atau pegunungan tinggi, nama yang diberikan untuk sebuah bukit dekat Jau-chau Fu, China, dimana kaolin pertama kali ditambang (Sepulveda dkk., 1983). Kaolin merupakan jenis mineral dengan massa batuan yang tersusun dari bahan-bahan tanah lempung dengan bentuk serbuk, berwarna putih, substitusi rendah, kapasitas tukar yang rendah, luas permukaan rendah dan strukturnya sangat stabil. Kaolin dengan rumus $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebagian besar terdiri dari kaolinit (85-95%). Selain kaolinit, kaolin biasanya berisi kuarsa dan mika, lebih jarang feldspar, illite, montmorillonite, ilmenit, anastase, hematit, bauksit, zirkon, rutil, kyanit, sillimanite, grafit, atapulgit, dan haloisit. Kaolin adalah bahan mentah yang murah, mudah tersedia, non-korosif dan ramah lingkungan. Kaolin banyak digunakan untuk produksi keramik, cat, dan kertas, serta polutan adsorben sebagai katalis. Selain itu, kaolin telah digunakan untuk mensintesis silika dan alumina melalui *digestion* asam dengan asam sulfat menghasilkan sebuah campuran yang tidak larut silika dan larutan aluminium sulfat (Belver dan Vicente, 2006).

Struktur kaolin berupa lembaran tetrahedral silika dengan lembar alumina oktahedral, ditunjukkan pada Gambar 2.8.

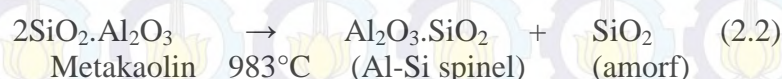


Gambar 2.8 Struktur Kaolin (Belver dan Vicente, 2006)

Lembaran-lembaran ini diatur sedemikian rupa sehingga ujung-ujung tetrahedron silika dan lapisan yang berdekatan dengan lembar oktahedral membentuk lapisan

umum. Pada lapisan umum untuk kelompok oktahedral dan tetrahedral, dua-pertiga dari atom oksigen dibagi oleh silikon dan aluminium, dan kemudian mereka menjadi O bukan OH. Lembar tetrahedral dibentuk oleh kation Si^{4+} berkoordinasi dengan anion O^{2-} sedangkan lembar oktahedral memiliki kation Al^{3+} berkoordinasi dengan anion OH^- (Belver dan Vicente, 2006).

Menurut Carneiro dalam Nascimento, dkk., (2011b), transformasi fase yang terjadi ketika kaolin dikalsinasi pada suhu tinggi seperti pada persamaan reaksi dibawah ini.



Pada suhu $550\text{-}600^\circ\text{C}$, kaolin akan kehilangan air melalui dehidroksilasi yang berlangsung secara endotermik dan menghasilkan *disordered* metakaolin ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$). Proses dehidroksilasi akan menciptakan struktur amorf. Namun, jika dipanaskan hingga mencapai suhu 900°C akan menyebabkan hilangnya gugus hidroksil terus menerus dan oksolasi secara bertahap pada metakaolin. Gugus hidroksil dari kaolin dihilangkan selama proses kalsinasi. Komposisi kimia metakaolin dan kaolin tetap sama karena kalsinasi hanya mengubah jumlah air dalam sampel, silika dan alumina dalam jumlah yang konstan. Pada saat dehidroksilasi, metakaolin ditransformasikan ke struktur spinel, atau campuran Si mengandung $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan silika amorf dengan suhu sekitar 980°C (Belver dan Vicente, 2006).

Kaolin komersial yang dikalsinasi pada suhu tinggi dapat digunakan sebagai katalis asam untuk reaksi transesterifikasi limbah minyak goreng jagung (Ortiz, dkk., 2011). Perlakuan dari katalis kaolin yang digunakan untuk reaksi esterifikasi seperti ditunjukkan pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Perlakuan dari Katalis Kaolin

No	Katalis	Bahan Baku	Kondisi				Konversi
			Jumlah Katalis	Suhu (°C)	Waktu	Alkohol	
1	Kaolin diaktivasi secara termal	Minyak goreng jagung	3%	<ul style="list-style-type: none"> Suhu kalsinasi katalis : 800°C Suhu reaksi : 160°C 	10 jam 2 jam	1 : 31	92,5%
2	Kaolin dikalsinasi dan diaktivasi dengan H ₂ SO ₄ 4M	Asam Oleat	5%	<ul style="list-style-type: none"> Suhu kalsinasi : 950°C Suhu reaksi : 160°C 	2 jam	1 : 60	95,3%
3	Kaolin dikalsinasi dan diaktivasi dengan H ₂ SO ₄ 4M melalui radiasi microwave	Asam Oleat	17,05%	<ul style="list-style-type: none"> Suhu kalsinasi : 850°C Suhu reaksi : 115°C 	40 menit	1 : 60	96,5%
4	Kaolin diaktivasi dengan asam fosfat	Asam Laurat	12%	Suhu reaksi : 250°C	2 jam	1 : 12	Antara 91,63% dan 96,67%

Sumber : Ortiz *et. al.*, 2011; Nascimento *et. al.*, 2011b; Oliveira de *et.al.*, 2013; Zatta *et.al.*, 2013.

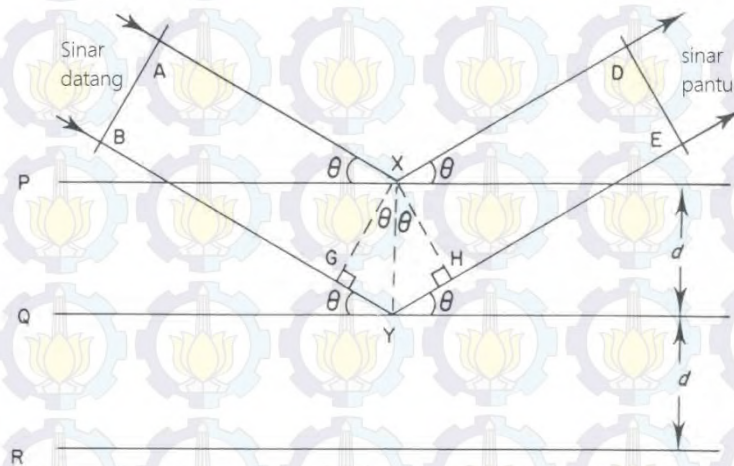
2.6 Karakterisasi Katalis

2.6.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi sampel dengan metode XRD didasarkan pada suatu sampel yang mempunyai bidang kristal. Suatu kristal memiliki bidang yang dibentuk oleh atom-atom yang tersusun secara teratur. Difraksi sinar-X yang disebabkan oleh suatu bidang kristal tertentu ditandai dengan sudut difraksi yang khas. Setiap padatan yang mempunyai struktur kristal tertentu akan memiliki pola difraksi tertentu juga, sehingga struktur suatu padatan dapat diperkirakan berdasarkan pola

difraksinya. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan mengidentifikasi fasa untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu katalis. XRD merupakan teknik yang mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal (Leofanti, dkk., 1997).

Prinsip kerja XRD adalah kristal katalis memantulkan sinar-X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Orientasi sumber sinar X pada kristal dan detektor harus benar agar suatu sinar X yang didifraksikan oleh bidang kisi tertentu dalam sampel kristalin dapat dideteksi (Ismunandar, 2004). Difraksi sinar X seperti ditunjukkan pada Gambar 2. 9.



Gambar 2.9 Difraksi sinar X (Whiston dan Prichard, 1987)

Gambar 2.9 menunjukkan sinar monokromatik dari X-Rays pada permukaan kristal dengan sudut θ , P, Q, R mewakili jarak bidang d . Bidang P memantulkan sinar AX menjadi XD. Bidang Q memantulkan sinar BY menjadi YE pada sudut yang sama, θ . Jika sinar X menumbuk sampel kristalin, sinar itu akan didifraksikan ke segala arah yang mungkin sinar akan didifraksikan dan sesuai dengan persamaan Bragg.

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.3)$$

dengan:

n : tingkat difraksi

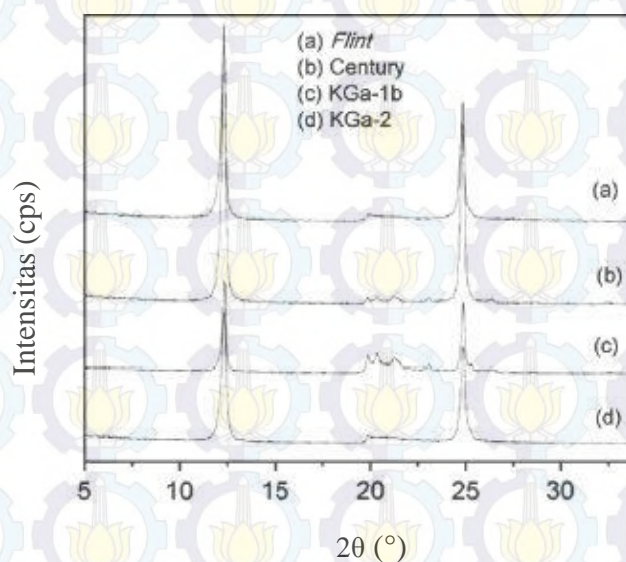
λ : panjang gelombang sinar-X

d : jarak antara bidang

θ : sudut difraksi (Whiston dan Prichard, 1987)..

Posisi puncak difraksi dan jarak antar bidang memberikan informasi lokasi bidang kristal. Setiap puncak juga mempunyai intensitas yang berbeda dari intensitas puncak lain. Intensitas ini merefleksikan kekuatan relatif puncak-puncak difraksi. Puncak terkuat dalam pola difraksi sering diberi nilai intensitas 100 dan nilai intensitas lain dinyatakan relatif terhadap puncak tertinggi tersebut. Intensitas relatif puncak Bragg bervariasi dan variasi ini mengandung informasi struktur kristal. Variasi intensitas bergantung terutama pada variasi intensitas hamburan atom atau molekul dalam kristal dan susunannya dalam kristal. Variasi ini juga berkaitan dengan interferensi yang terjadi antara difraksi yang dihasilkan dari satu bidang dengan bidang lain yang dapat menyebabkan interferensi destruktif (Ismunandar, 2004).

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Carneiro dalam Nascimento, dkk., (2011b), pola difraksi sinar X dari kaolin ditunjukkan pada Gambar. 2.10.



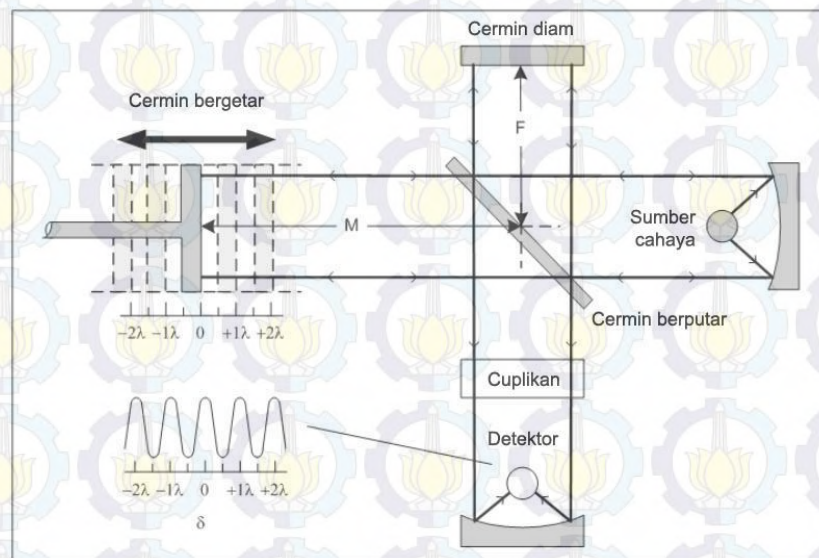
Gambar 2.10 Difraksi sinar X dari Kaolin (Carneiro dalam Nascimento dkk., 2011b).

Karakteristik puncak untuk kaolinit pada 2θ nilai 12° dan 24° . Perbedaan utama antara kaolin dapat diamati dalam kisaran $20^\circ < 2\theta < 24^\circ$, yang merupakan tingkat urutan setiap kaolin. KGa-1b dan kaolin memiliki sudut yang tinggi sedangkan KGa-2 dan batu kaolin memiliki sudut yang rendah.

2.6.2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)* atau Spektroskopi Inframerah

Spektroskopi Inframerah adalah metode analisis yang digunakan untuk identifikasi jenis senyawa berdasarkan spektra absorpsi sinar inframerahnya. Metode ini dapat mengidentifikasi material, menentukan komposisi gugus fungsi dari senyawa, dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Sampel yang digunakan biasanya berupa material padatan, cairan, ataupun gas. Ukuran sampel umumnya beberapa milligram, tetapi spektra dapat diperoleh dari 50 pikogram dengan teknik dan aksesoris spesifik. Analisis dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi. Keuntungan dari metode FTIR ini yaitu radiasi sumber sinar yang lebih tinggi, perbandingan sinyal/noise ditingkatkan, mengurangi waktu pengukuran, dan akurasi pengukuran yang lebih tinggi dengan spektrometer dispersif cahaya konvensional (Sibilia, 1996).

Tipe penyerapan energi yang lain dalam spektroskopi inframerah menyebabkan molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila menyerap radiasi infra merah. Penyerapan radiasi infra merah merupakan proses kuantisasi dan hanya frekuensi tertentu dari radiasi infra merah yang akan diserap oleh molekul. Pada spektroskopi infra merah, inti-inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran bila molekul menyerap radiasi infra merah dan energi yang diserap menyebabkan kenaikan pada amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Panjang gelombang serapan oleh suatu tipe ikatan tertentu bergantung pada macam ikatan tersebut, oleh karena itu tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi infra merah pada panjang gelombang karakteristik yang berlainan. Akibatnya setiap molekul akan mempunyai spektrum infra merah yang karakteristik pada konsentrasi ukur tertentu, yang dapat dibedakan dari spektrum lainnya melalui posisi dan intensitas pita serapan, sehingga dapat digunakan untuk penjelasan struktur, identifikasi dan analisis kuantitatif (Sastrohamidjojo, 1992). Adapun Bagan alat spektrofotometri inframerah seperti pada Gambar 2.11 (Sibilia, 1996).



Gambar 2.11 Bagan Alat spektrofotometri inframerah (Sibilia, 1996)

2.6.3 Keasaman Permukaan

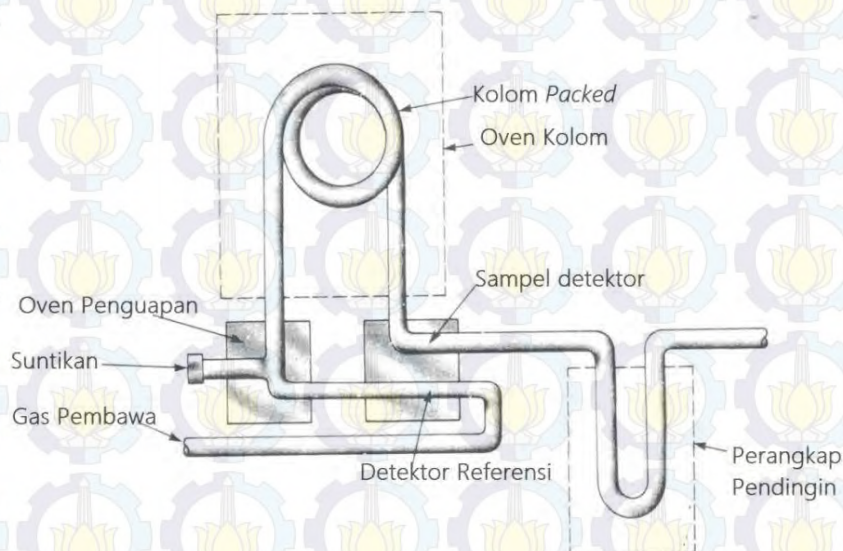
Jenis keasaman dapat dipelajari menggunakan adsorpsi molekul probe. Metode ini menggunakan piridin atau NH_3 sebagai molekul probe, kemudian dilakukan deteksi dengan teknik spektroskopi inframerah. Interaksi antara molekul probe dengan sisi asam Brønsted pada permukaan akan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang $1540\text{--}1545\text{ cm}^{-1}$, sedangkan interaksi antara molekul probe dengan sisi asam Lewis permukaan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar $1440\text{--}1452\text{ cm}^{-1}$ (Platon dan Thomson, 2003).

2.7 Karakterisasi Biodiesel

2.7.1 Gas Chromatography (GC)

Biodiesel yang dihasilkan dari reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dianalisis dengan menggunakan *Gas Chromatography* (GC). GC biasanya disebut sebagai kromatografi fasa uap (VPC). Fase gerak pada GC adalah aliran gas inert, seperti He, Ar, dan N_2 . Fase diam pada GC adalah sebuah cairan yang mempunyai titik didih yang tinggi diserap pada padatan. Campuran diinjeksi dengan *syringe* ke dalam ruang penguapan dan dialiri gas. Kemudian, sampel melewati kolom, di mana proses partisi dan pemisahan berlangsung. Dari kolom, komponen berjalan

melewati detektor yang memberikan sinyal ke perekam elektronik. Senyawa yang diinginkan dikumpulkan di dalam perangkat pendingin yang ditunjukkan pada Gambar 2.12 (Rodig, dkk., (1997).



Gambar 2.12 Diagram Skema GC (Rodig, dkk., (1997)

Komponen-komponen dasar peralatan kromatografi gas, yaitu:

1. Tabung gas pembawa

Gas pembawa diletakkan dalam tabung bertekanan yang dihubungkan dengan regulator tekanan, pengatur aliran, dan rotometer. Dalam sistem penyimpanan gas ini terdapat suatu bahan penyaring molekul untuk menyerap air ataupun pengotor lainnya. Laju alir gas dikontrol oleh regulator tekanan dan pengatur aliran. Tekanan gas yang masuk berkisar 10 sampai dengan 50 psi (di atas tekanan ruang) dan laju alir gas sebesar 25 sampai dengan 50 ml/menit.

2. Sistem Injeksi Sampel

Sampel dimasukkan dengan sebuah suntikan yang kemudian melewati suatu karet atau piringan tipis yang terbuat dari silikon. Sampel kemudian memasuki pemanas yang terletak pada kepala kolom. Sampel dipanaskan pada suhu 50°C di atas titik didihnya.

3. Kolom

Ada dua jenis kolom yang digunakan dalam kromatografi gas, yaitu:

- a. Kolom kapiler

Kolom ini tidak dipengaruhi oleh tekanan tetesan dari injektor. Panjang kolomnya berkisar antara 10 sampai dengan 100 m atau lebih dan memiliki efisiensi cukup tinggi, namun memiliki kapasitas sampel sangat rendah ($<0,01\mu\text{L}$). Kapasitas kolom kapiler dapat ditingkatkan dengan coating suatu bahan berpori seperti grafit, oksida logam atau silikat pada bagian dalam tube.

b. Kolom *Packed*

Kolom ini terbuat dari tube logam atau dari gelas yang memiliki diameter dalam sebesar 1 sampai 8 mm, terbungkus oleh suatu padatan. Kolom ini mempunyai panjang 2 sampai 20 m.

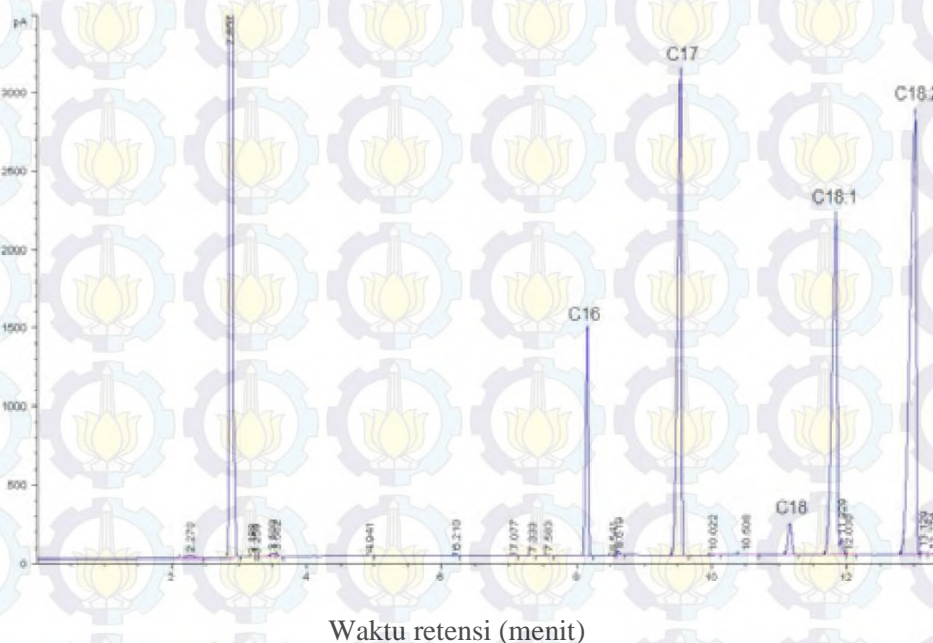
3. Sistem Deteksi

Sistem deteksi untuk kromatografi gas harus mempunyai kemampuan merespon sampel keluar dari kolom secara cepat dan akurat. Interval puncak yang melewati detector biasanya berjarak satu detik atau kurang, sehingga detektor harus juga memiliki kemampuan untuk merekam respon secara penuh selama beberapa periode tertentu (Skoog dan West, 1980).

Ada dua jenis detektor digunakan dalam kromatografi gas, yaitu: *Thermal Conductivity Detector* (TCD) dan *Flame Ionization Detector* (FID). TCD yang biasanya digunakan dalam peralatan laboratorium sarjana, berisi filamen yang dipanaskan atau thermistor yang hambatan listrik bervariasi dengan suhu. Salah satu elemen ini ditempatkan dalam aliran gas yang keluar dari kolom dan satu lagi di aliran referensi dari gas pembawa murni. Gas yang digunakan dengan detector TCD adalah helium, yang memiliki konduktivitas termal yang sangat tinggi karena laju difusi yang tinggi. Ketika aliran yang mengandung senyawa dari sampel melewati detektor, laju pendinginan oleh aliran gas berkurang karena konduktivitas termal rendah dari senyawa organik. Perubahan hasil suhu dalam perubahan resistensi dan tegangan yang terdeteksi oleh perekam. Detektor FID merupakan detektor yang umum untuk senyawa organik. Pada detector FID, aliran dari kolom melewati api hidrogen, dan ion yang terbentuk oleh pembakaran senyawa ditangkap oleh grid untuk menghasilkan arus. FID jauh lebih sensitif daripada TCD. Gas pembawa yang murah adalah helium. Keuntungan dari FID

termasuk batas deteksi yang kira-kira 2-3 kali lipat lebih kecil dari detector TCD dan respon linear di atas 10^6 - 10^7 atas perintah besarnya dalam jumlah analit yang diinjeksikan (Harvey, 2000).

Ortiz, dkk., (2011) telah menganalisis metil ester yang dihasilkan menggunakan GC seperti ditunjukkan pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Kromatogram Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Jagung Menggunakan Katalis Kaolin (Ortiz, dkk., 2011).

Dari Gambar 2.13, tampak bahwa puncak besar di dalam kromatogram terletak pada metil ester C16-C18. Selain itu, terdapat perbedaan metil ester yang ditemukan dalam limbah minyak goreng jagung berdasarkan waktu retensi. Pada limbah minyak goreng jagung, asam lemak yang dominan adalah asam linoleat sebesar 51,12% (Ortiz, dkk., 2011). Selain GC, analisis biodiesel meliputi, densitas dan uji nyala api.

2.8 Konsep Pembelajaran Reaksi Organik Pada Pembuatan Biodiesel

Capaian pembelajaran pada Dasar Kimia Organik, yaitu mampu mendemonstrasikan pengetahuan dan menerapkan prinsip dan konsep kimia, mengakui bahwa prinsip-prinsip kimia dapat diuji secara ilmiah, dan mendemonstrasikan kapasitas belajar mandiri dengan konsep belajar sepanjang

hayat. Konsep pembelajaran reaksi organik yang terkandung di dalam pembuatan biodiesel adalah reaksi esterifikasi dan katalis. Pada esterifikasi terdapat aspek pembelajaran kimia organik, yaitu konsep reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam homogen dan heterogen dan faktor-faktor yang mempengaruhi esterifikasi.

2.8.1 Metode Pembelajaran Kimia Berbasis Laboratorium.

Bladt dkk (2012), telah melakukan penelitian pembuatan biodiesel dari limbah minyak nabati menggunakan katalis asam pada pembelajaran kimia organik di laborataorium. Hasil penelitian menunjukkan bahwa produksi biodiesel dari limbah minyak nabatai menggunakan katalis asam lebih cepat daripada minyak nabati yang baru karena laju reaksi esterifikasi lebih cepat daripada transesterifikasi. Prosedur dalam pembuatan biodiesel bertujuan untuk menunjukkan konsep penting di dalam laboratorium organik. Wahyuni, dkk (2010) melaporkan bahwa kemampuan pemecahan masalah mahasiswa dapat dikembangkan dengan model pembelajaran praktikum berbasis masalah dengan pengembangan panduan praktikum yang dilengkapi dengan tugas-tugas pendahuluan yang berhubungan dengan materi praktikum. Metode pembelajaran praktikum berbasis masalah dapat meningkatkan keaktifan mahasiswa dalam mengikuti proses pembelajaran karena selallu diberikan masalah yang harus diselesaikan di setiap pertemuan.

2.8.2 Penilaian Pembelajaran Kimia berbasis Laboratorium

Penilaian (*assesment*) merupakan proses pengumpulan dan pengolahan informasi untuk mengukur pencapaian hasil belajar peserta didik. Penilaian hasil belajar peserta didik harus didasarkan pada beberapa prinsip, yaitu objektif, terpadu, ekonomis, transparan, akuntabel, dan edukatif (Depdikbud, 2008). Penilaian PBL menggunakan penilaian formatif dan penilaian kinerja. Penilaian kinerja untuk mengukur kemampuan peserta didik dalam merancang strategi pemecahan masalah, melakukan penelitian penyelidikan, membuat hipotesis, mengumpulkan data yang relevan bagi hipotesis, bekerja secara kolaboratif dalam kelompok untuk memecahkan kasus berbagai masalah (Eggen dan Kauchak, 2012). Hal-hal yang harus diperhatikan dalam penilaian kinerja, yaitu: langkah-

langkah kinerja yang dilakukan siswa untuk menunjukkan kinerja dari suatu kompetensi, kelengkapan dan ketetapan aspek yang akan dinilai dalam kinerja tersebut, kemampuan-kemampuan khusus yang diperlukan untuk menyelesaikan tugas, mengupayakan kemampuan yang akan dinilai tidak terlalu banyak, dan kemampuan yang akan dinilai diurutkan berdasarkan urutan yang akan diamati (Sari, 2010). Rubrik penilaian dan pemberian skor dalam pembuatan biodiesel ditunjukkan pada Lampiran 4.

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini merupakan pengembangan lembar kerja praktikum dengan topik esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis asam heterogen pada proses pembuatan biodiesel sebagai materi pembelajaran kimia organik. Pada penelitian ini terdapat dua aspek, yaitu aspek penelitian dan aspek pembelajaran. Aspek penelitian ini, yaitu pembuatan katalis asam heterogen dari kaolin. Aspek pembelajaran, yaitu faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi esterifikasi dan konsep reaksi esterifikasi. Preparasi katalis asam heterogen dilakukan oleh pendidik.

3.1 Esterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan Katalis Kaolin

3.1.1 Preparasi Katalis

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah furnace, cawan porselen, pengaduk besi, gelas ukur, botol polipropilen, *stopwatch*, kondensor refluks, kondensor, labu leher dua 250 ml, pompa air, oven, *hotplate magnetic stirrer*, *stirrer* (pengaduk *magnetic*), kertas saring, corong, termometer, klem, statif, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaolin dari Bangka Belitung, H_2SO_4 (Merck, 98%), dan Aqua DM.

Preparasi Katalis

- a. Sebanyak ± 2 gram katalis kaolin diaktivasi termal melalui proses kalsinasi pada suhu 800°C selama 10 jam, dengan peningkatan suhu 10°C per menit dari suhu ruang hingga suhu kalsinasi (Ortiz, dkk., 2011). Kemudian dilakukan analisis katalis menggunakan XRD dan FT-IR serta diuji keasamaan menggunakan metode adsorpsi piridin.
- b. Sebanyak ± 2 gram metakaolin diaktivasi dengan H_2SO_4 4M dan dicuci dengan aqua DM, dikeringkan pada suhu 120°C selama 12 jam dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam (Nascimento, dkk., 2011b). Kemudian dilakukan

analisis katalis menggunakan XRD dan FT-IR serta diuji keasamaan menggunakan metode adsorpsi piridin.

Katalis heterogen tersebut diuji aktivitas katalitiknya terhadap reaksi esterifikasi minyak goreng bekas. Langkah-langkah penelitian untuk menguji aktivitas katalitik terhadap esterifikasi minyak goreng bekas, adalah sebagai berikut:

3.1.2 Reaksi Esterifikasi

a. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, teflon, autoklaf, gelas kimia, *hotplate magnetic stirrer*, corong pisah, gelas ukur, pipet tetes, stopwatch, botol polipropilen, klem, statif, buret.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Minyak goreng bekas, Katalis, NaOH (Merck, 99%), aqua DM, H_2SO_4 (98%), metanol (Merck, 98%), Indikator Phenolphthalein, dan Isopropanol P.a (Merck, 99,5%).

b. Proses Penghilangan Air dan Kotoran Pada Minyak Goreng Bekas

Minyak goreng bekas 250 ml di masukkan dalam dalam air dengan perbandingan 1:1. Selanjutnya dipanaskan hingga air berkurang setengah dari volume awal. Campuran minyak air dipisahkan dalam corong pisah selama 1 jam. Setelah satu jam akan terbentuk dua fasa dimana fasa atas adalah minyak dan fasa bawah adalah air. Diambil fasa minyak dan fasa air dibuang. Minyak yang didapat disaring agar bersih dari kotoran dan dipanaskan kembali dengan suhu 100 °C agar minyak terbebas dari air

c. Menguji Kandungan Asam Lemak Bebas (ALB)

Minyak goreng bekas diuji asam lemak bebas yang terkandung di dalamnya. Uji kandungan asam lemak bebas menggunakan metode titrasi asam basa yang mengikuti standar AOCS (*American Oil Chemistry Society*). Sebanyak 10 gram sampel minyak dipanaskan pada suhu 100°C selama 10 menit. Kemudian ditambahkan 25 ml isopropanol yang sudah dinetralkan dengan NaOH 0,1N. Isopropanol yang sudah netral ditambahkan dengan 2 tetes indikator

Phenolphthalein. Selanjutnya dititrasi dengan NaOH 0,1N. Persentase Asam Lemak Bebas ditentukan menggunakan persamaan :

$$\text{Asam Lemak Bebas (ALB) (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times \text{MrMinyak}}{\text{gram sampel}} \quad (3.1)$$

d. Melakukan praktikum Reaksi Esterifikasi pada Pembuatan Biodiesel

Reaksi Esterifikasi dilakukan jika kadar asam lemak bebas dalam minyak lebih dari 0,5%. Sebelum reaksi, katalis kaolin dikeringkan dengan oven pada suhu 120°C selama 60 menit. Sebanyak 10 gram minyak goreng bekas dipanaskan pada suhu 60°C selama 30 menit. Pemanasan minyak bertujuan untuk menghilangkan kadar air. Selanjutnya, dicampurkan metanol dengan rasio metanol/minyak sebesar 20:1, 25:1, 30:1, dan 35:1 ditambahkan katalis metakaolin sebesar 3% berat katalis. Campuran dimasukkan ke dalam autoklaf selama 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Suhu yang digunakan adalah 160°C (Ortiz, dkk., 2011). Setelah reaksi selesai, reaktor didinginkan. Hasil reaksi diendapkan 10 menit. Setelah reaksi selesai, akan terbentuk 3 lapisan. Lapisan paling atas merupakan sisa metanol, lapisan tengah merupakan biodiesel, dan lapisan paling bawah adalah sisa katalis. Katalis dipisahkan dari campuran tersebut, maka diperoleh dua lapisan yang terdiri dari biodiesel dan metanol. Biodiesel terletak di lapisan bawah dan metanol di lapisan atas. Biodiesel dipisahkan dari metanol menggunakan n-heksana yang dilakukan dalam corong pisah. Kemudian diuapkan.

e. Menentukan Konversi ALB

Konversi ALB tentukan dengan menghitung selisih ALB_{awal} dengan $ALB_{\text{setelah reaksi}}$ dibagi dengan ALB_{awal} menggunakan persamaan :

$$\text{Konversi (\%)} = \frac{\%ALB_{\text{awal}} - \%ALB_{\text{setelah reaksi}}}{\%ALB_{\text{awal}}} \times 100\% \quad (3.2)$$

3.2 Karakterisasi Biodiesel

3.2.1 Gas Chromatography (GC)

Biodiesel hasil sintesis dikarakterisasi dengan *Gas Chromatography* (GC, TECHCOMP 7900) untuk menentukan konsentrasi metal ester yang terbentuk

melalui luas puncaknya sehingga dapat dihitung yield biodiesel yang diperoleh, internal standar yang digunakan adalah benzil alkohol. GC yang digunakan dengan detector FID dan gas pembawa berupa nitrogen. Biodiesel sebanyak 70 mg dilarutkan dalam 1 mL n-heksana, lalu disuntikkan pada GC dengan *microliter syringe*. Persentase *yield* reaksi esterifikasi dihitung dengan rumus.

$$\% \text{ Metil Ester} = \frac{\text{Berat Metil Ester yang dihitung oleh GC}}{\text{Berat Metil Ester}} \times 100\% \quad (3.3)$$

3.2.2 Densitas

Densitas pada biodiesel diukur dengan menggunakan piknometer yang ditimbang berat dari biodiesel tersebut pada suhu ruang. Biodiesel dimasukkan kedalam piknometer sampai penuh kemudian berat ditimbang. Densitas biodiesel diperoleh dengan membandingkan massa biodiesel dalam kondisi tersebut dengan volume biodiesel yang dimasukkan dalam piknometer. Uji densitas biodiesel ini dilakukan berdasarkan standar ASTM D 4052. Rumus yang digunakan untuk menentukan densitas adalah sebagai berikut:

$$\rho = m_b - m_a / V \dots\dots\dots (3.4)$$

Keterangan: m_b = massa piknometer+biodiesel pada suhu ruang (gram)

m_a = massa piknometer kosong (gram)

V = Volume piknometer (mL)

3.3 Pembelajaran Kimia Organik Berbasis Laboratorium

Data penelitian dari aktivitas katalitik terhadap reaksi esterifikasi minyak goreng bekas selanjutnya digunakan sebagai indikator kinerja dalam pembelajaran kimia organik berbasis laboratorium. Setiap kelas dibagi menjadi delapan kelompok. Masing-masing kelompok terdiri dari tiga orang. Setiap kelompok melakukan percobaan esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan rasio molar minyak metanol dan yang berbeda-beda. Adapun kegiatan yang dapat dilakukan oleh mahasiswa selama praktikum ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Kegiatan yang Dapat Dilakukan oleh Mahasiswa Selama Praktikum Esterifikasi Minyak Goreng Bekas.

No	Kelompok	Kegiatan Pembelajaran	Alokasi Waktu
1	1,2,3,4,5,6,7,8	<ul style="list-style-type: none"> - Masing-masing kelompok mengidentifikasi masalah dan mendeskripsikan artikel yang terdapat dalam Lembar Kerja Praktikum. - Masing-masing kelompok mencari literatur tentang proses pembuatan biodiesel dan menuliskan pada tabel <i>review</i> yang telah disediakan. - Setiap kelompok mengkaji literatur yang telah dicari. 	Pertemuan ke-1 (180 menit)
2	1,2,3,4,5,6,7,8	<ul style="list-style-type: none"> - Pembahasan literatur yang telah dicari - Penjelasan tentang proses pembuatan biodiesel oleh pendidik. - Peserta didik membuat diagram kerja dari praktikum esterifikasi. 	Pertemuan ke-2 (180 menit)
3	1,2	<ul style="list-style-type: none"> - Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak, 20:1 selama 60 menit dan 90 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah. 	Pertemuan ke-3 (180 menit)
4	3,4	<ul style="list-style-type: none"> - Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak, 25:1 selama 60 menit dan 90 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah. 	
5	5,6	<ul style="list-style-type: none"> - Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak, 30:1 selama 60 menit dan 90 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah 	
6	7,8	<ul style="list-style-type: none"> - Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas dengan rasio molar metanol/minyak, 35:1 selama 60 menit dan 90 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah 	
7	1,2	<ul style="list-style-type: none"> - Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan 	Pertemuan ke-4 (180 menit)

No	Kelompok	Kegiatan Pembelajaran	Alokasi Waktu
		rasio molar metanol/minyak, 20:1 selama 120 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah.	
8	3,4	- Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak, 25:1 selama 120 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah.	
9	5,6	- Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak, 30:1 selama 120 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah.	
10	7,8	- Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak, 35:1 selama 120 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah.	Pertemuan ke-4 (180 menit)
11	1,2,3,4,5,6,7,8	- Menentukan jumlah metanol dan katalis yang diperlukan. - Melakukan praktikum esterifikasi minyak goreng bekas menggunakan katalis metakaolin teraktivasi asam sulfat dengan rasio molar metanol/minyak, 30:1 selama 120 menit. - Memisahkan hasil reaksi dengan corong pisah	Pertemuan ke-5 (180 menit)
12	1,2,3,4,5,6,7,8	- Melakukan pengujian terhadap biodiesel, meliputi kandungan asam lemak bebas, densitas, dan uji nyala - Diskusi untuk membahas hasil praktikum - Mempersentasikan hasil praktikum untuk masing-masing kelompok dengan alokasi waktu 15 menit.	Pertemuan ke-6 (180 menit)
13	1,2,3,4,5,6,7,8	- Mengerjakan soal evaluasi untuk masing-masing individu.	Pertemuan ke-7 (90 menit)

3.1 Penyusunan Lembar Kerja Praktikum

Penyusunan Lembar Kerja Praktikum dimulai dari analisis materi dan capaian pembelajaran yang memerlukan pemahaman konsep. Pengembangan lembar kerja praktikum sangat penting karena dapat memotivasi dan memudahkan siswa dalam pemahaman konsep-konsep kimia, khususnya konsep reaksi organik.

Pemetaan capaian pembelajaran Mata Kuliah Dasar Kimia Organik ditunjukkan pada Tabel 3.9.

Tabel 3.9 Pemetaan capaian pembelajaran Mata Kuliah Dasar Kimia Organik.

Rincian capaian pembelajaran Program Studi		Indikator Pembelajaran Mata Kuliah Dasar Kimia Organik
No		
1.1.2	Mampu mengkaji dan menyelesaikan masalah-masalah kualitatif dan kuantitatif dalam sains kimia baik secara individual dan kelompok.	1. Mengidentifikasi masalah secara kelompok yang berkaitan dengan pembuatan biodiesel secara berkelompok 2. Menguraikan masalah secara kelompok yang berkaitan dengan pembuatan biodiesel melalui reaksi esterifikasi
1.1.5	Mampu berfikir kritis dan empiris dalam mengkaji dan menyelesaikan masalah dalam kehidupan sehari-hari	Mereview berbagai literatur tentang bahan dan kondisi reaksi dalam proses pembuatan biodiesel secara berkelompok.
1.1.1	Mampu mendemonstrasikan contoh reaksi kimia dalam kehidupan sehari-hari	1. Mempraktekkan percobaan biodiesel dari minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat.
2.2.1 2.2.3 2.2.5	Mampu mengidentifikasi biodiesel yang terbentuk, memisahkan menggunakan peralatan yang ada, dan menguji karakteristik biodiesel	1. Menggunakan peralatan gelas dengan baik, benar dan aman. 2. Memisahkan biodiesel yang diperoleh menggunakan corong pisah dengan benar. 3. Menentukan kadar asam lemak bebas 4. Menentukan karakteristik biodiesel (densitas dan uji nyala) dengan benar dan teliti.
3.1.1 3.2.5	Mampu mengumpulkan data dan informasi, melakukan analisis dengan benar, menggunakan bukti kualitatif dan kuantitatif untuk menyusun argumentasi ilmiah dan mengambil keputusan yang tepat, serta mendokumentasikan dengan detail dan sistematis.	1. Mentabulasi data dari percobaan yang telah dilakukan 2. Menyusun laporan akhir kelompok secara detail dan sistematis.
3.2.4	Mampu mempresentasikan hasil yang diperoleh sesuai dengan data dan informasi yang sudah diolah.	1. Mempresentasikan hasil kerja kelompok menggunakan bahasa yang komunikatif dan mudah dimengerti 2. Mengikuti jalannya diskusi secara aktif dan kondusif

Sumber : Silabus S1 Kimia ITS, Kurikulum ITS : 2009-2014

Setelah menganalisis capaian pembelajaran program studi, disusun kegiatan-kegiatan pembelajaran dalam bentuk praktikum yang disesuaikan dengan

kemampuan awal peserta didik. Selanjutnya dilakukan penyusunan instrumen penilaian sebagai bagian dari lembar kerja praktikum sebagai alat untuk mengetahui ketercapaian kompetensi.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat telah dilakukan. Metakaolin yang digunakan pada penelitian ini dipreparasi dari kaolin alam melalui proses kalsinasi. Selanjutnya, metakaolin diaktivasi dengan asam sulfat untuk meningkatkan keasaman. Metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat dikarakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD), Spektroskopi Infra Merah (FT-IR), dan diuji keasaman dengan adsorpsi piridin.

Metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat diuji aktivitas katalisnya pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas. Pengaruh variasi rasio molar metanol/minyak dan waktu reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat terhadap konversi FFA telah dipelajari pada penelitian ini. Hasil reaksi esterifikasi dianalisis kadar asam lemak bebasnya dengan cara titrasi asam basa, diukur massa jenisnya, diuji nyala, serta ditentukan kadar metil esternya dengan Kromatografi Gas (GC). Data yang diperoleh digunakan sebagai indikator kinerja untuk menyusun lembar kerja praktikum pada mata kuliah kimia organik.

4.1 Preparasi Metakaolin dan Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat

Metakaolin dipreparasi dari kaolin alam melalui proses kalsinasi pada suhu 800°C selama 10 jam, dengan peningkatan suhu 10°C per menit dari temperatur ruang hingga temperatur kalsinasi (Ortiz dkk., 2011). Hasil metakaolin yang diperoleh berupa serbuk berwarna putih dan ditandai dengan simbol M. Menurut Carneiro dalam Nascimento, dkk., (2011b), transformasi fasa yang terjadi ketika kaolin terkalsinasi pada suhu tinggi menghasilkan metakaolin seperti pada persamaan reaksi (2.1) dan (2.2). Pada temperatur 550-600°C, kaolin mengalami proses dehidroksilasi yang berlangsung secara endotermik dan menghasilkan *disordered* metakaolin ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$). Proses dehidrasi menghasilkan struktur amorf. Namun, jika metakaolin dipanaskan hingga mencapai suhu 900°C

maka menyebabkan hilangnya gugus hidroksil dan oksolasi secara bertahap pada metakaolin. Gugus hidroksil dari kaolin dihilangkan selama proses kalsinasi. Komposisi kimia metakaolin dan kaolin tetap sama karena kalsinasi mengurangi kadar air dalam sampel sedangkan silika dan aluminanya konstan.

Metakaolin yang terbentuk selanjutnya diaktivasi dengan asam sulfat 4M pada suhu 90°C melalui proses refluks. Setelah proses refluks, metakaolin disaring dan dicuci dengan akuades yang bertujuan untuk menghilangkan sisa asam sulfat. Setelah proses pencucian, dilakukan pengeringan dalam oven pada suhu 120°C selama 12 jam, selanjutnya dikalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam untuk penghilangan ion sulfat pada metakaolin teraktivasi. Metakaolin teraktivasi asam sulfat yang dihasilkan berupa serbuk putih dan ditandai dengan simbol MS. MS diharapkan memiliki jumlah sisi asam lebih banyak sehingga sangat baik jika diaplikasikan sebagai katalis (Lenarda, dkk., 2007). Oleh karena itu, pada penelitian ini dianalisis jumlah sisi asamnya dengan metode adsorpsi piridin dan FT-IR.

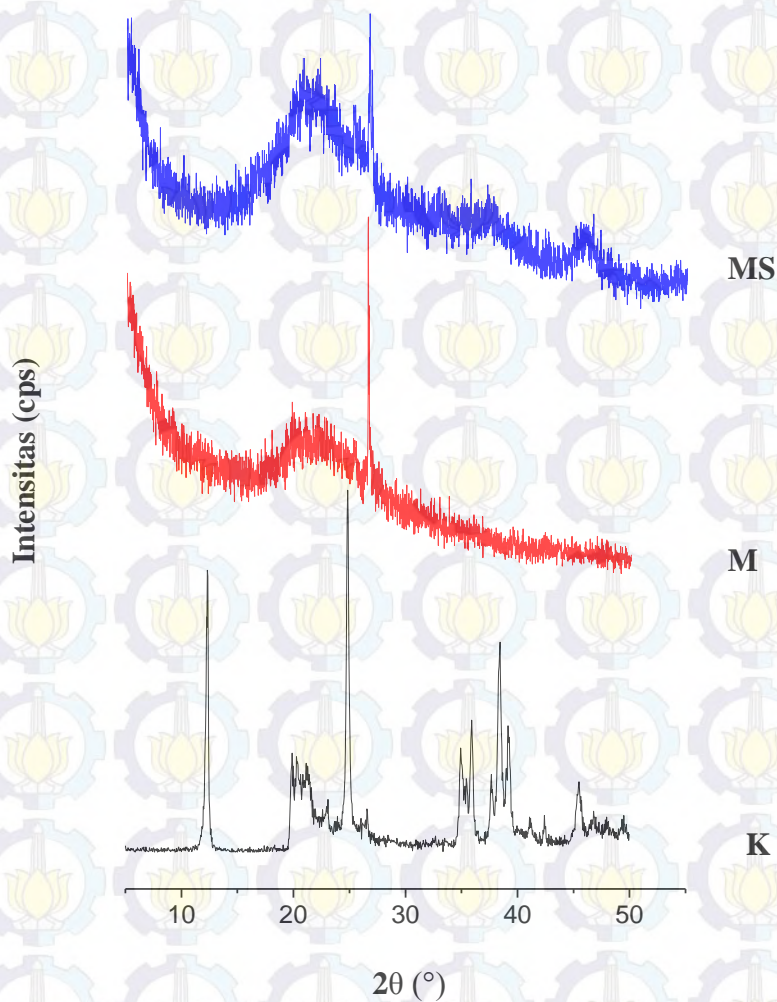
4.2 Karakterisasi Metakaolin dan Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat

4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi sampel dengan metode XRD didasarkan pada suatu sampel yang mempunyai bidang kristal. Suatu kristal memiliki bidang yang dibentuk oleh atom-atom yang tersusun secara teratur. Difraksi sinar-X yang disebabkan oleh suatu bidang kristal tertentu ditandai dengan sudut difraksi yang khas. Setiap padatan yang mempunyai struktur kristal tertentu akan memiliki pola difraksi tertentu juga, sehingga struktur suatu padatan dapat diperkirakan berdasarkan pola difraksinya. Teknik XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dan kristalinitas dari sampel (Leofanti, dkk., 1997). Pada penelitian ini dilakukan analisis XRD pada sudut 2θ antara 5°-40° untuk menentukan fasa sampel kaolin dan metakaolin.

Pola difraksi sinar-X dari K, M dan MS ditunjukkan pada Gambar 4.1. Pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa puncak-puncak karakteristik kaolin muncul pada 2θ sebesar 12, 20-25° dan 35-40°. Hasil ini sesuai dengan hasil yang dilaporkan oleh Wang, dkk (2014) dimana puncak-puncak karakteristik dari

kaolin muncul pada 2θ sebesar 12° merupakan fase kaolinit, puncak di sekitar 20° merupakan fase musqovit, puncak tinggi di sekitar 25° merupakan fase kaolinit dan puncak di sekitar $35-40^\circ$ merupakan fase musqovit dan kaolinit.



Gambar 4.1 Pola Difraksi sinar-X dari Kaolin (K), Metakaolin (M) dan Metakaolin teraktivasi asam sulfat (MS).

Transformasi kaolin menjadi metakaolin diidentifikasi dengan adanya puncak karakteristik metakaolin pada 2θ sekitar 27° . Kaolin teraktivasi secara termal pada suhu 800°C menyebabkan pembentukan unit Al koordinat tetra dan penta lebih reaktif dari unit AlO_6 dalam lembaran oktahedral kaolin (Lenarda, dkk, 2007). Metakaolin teraktivasi asam sulfat mempunyai karakteristik 2θ yang lebih lebar pada daerah $15-25^\circ$, sesuai yang dilaporkan oleh Nacimiento, dkk., (2011b) bahwa

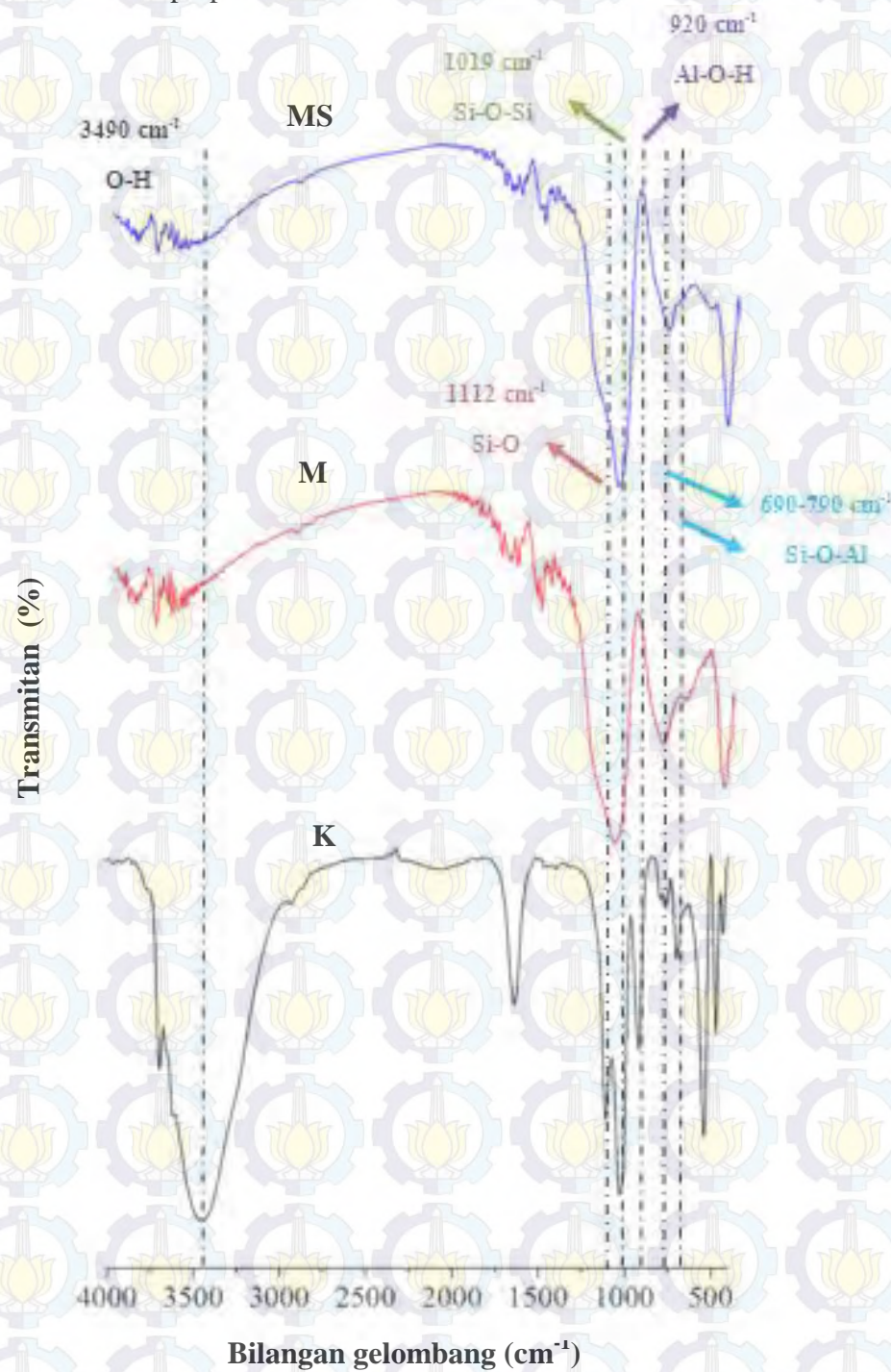
penambahan asam sulfat pada metakaolin dapat menyebabkan metakaolin bersifat lebih amorf dan terjadi pelebaran puncak pada daerah 2θ yaitu $15-25^\circ$. Disamping itu, penambahan asam sulfat pada metakaolin menyebabkan pemutusan sebagian kation Al^{3+} yang berakibat munculnya sifat amorf pada material tersebut (Lenarda, dkk., 2007)

4.2.2 Spektroskopi Infra Merah (FT-IR)

Pada penelitian ini analisis FT-IR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada kaolin dan metakaolin. Hasil FT-IR dari sampel K, M dan MS ditunjukkan pada Gambar 4.2. Puncak utama gugus hidroksil dari kaolin teramati pada bilangan gelombang 3500 cm^{-1} dan puncak pada daerah $600-1150\text{ cm}^{-1}$. Pada metakaolin terdapat puncak utama pada daerah $600-1200\text{ cm}^{-1}$. Perbedaan puncak yang menonjol antara kaolin dan metakaolin yaitu pada 3500 cm^{-1} , dimana pada metakaolin puncak pada daerah tersebut tidak muncul dan pergeseran puncak pada 1112 menjadi 1090 cm^{-1} serta puncak 1019 menjadi 1043 cm^{-1} . Puncak di sekitar 690 cm^{-1} pada kaolin terlihat tajam sedangkan pada metakaolin puncak tersebut lebar. Sedangkan untuk metakaolin teraktivasi asam sulfat (MS) memiliki puncak relatif sama dengan metakaolin, M dan MS tidak dapat dibedakan secara signifikan melalui spektroskopi FT-IR.

Berdasarkan Konan, dkk (2009) yang telah melakukan analisis FT-IR untuk kaolin dan metakaolin, kaolin memiliki puncak karakteristik pada daerah $3000-4000\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi gugus hidroksil, daerah 1100 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-O, puncak pada 1019 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-O-Si, 926 cm^{-1} merupakan vibrasi Al-O-H dan puncak pada daerah $790-690\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi Si-O-Al. Puncak pada daerah $3000-4000\text{ cm}^{-1}$ pada metakaolin tidak muncul karena gugus OH pada kaolin hilang pada saat proses termal. Ciri khas lain yang menandakan bahwa metakaolin telah terbentuk yakni perubahan besar yang diamati pada intensitas, bentuk dan posisi puncak adsorpsi dalam kasus metakaolin. Perlakuan termal menginduksi deformasi dari tetrahedral silika. Pada metakaolin terjadi pergeseran puncak pada gugus Si-O dan Si-O-Si menjadi 1150 dan 1040 cm^{-1} serta pada puncak 790 cm^{-1} puncak menjadi lebar yang semula

intens dan runcing. Berdasarkan uraian tersebut dapat disimpulkan bahwa metakaolin berhasil dipreparasi.



Gambar 4.2 Spektra FT-IR dari Kaolin (K), Metakaolin (M) dan Metakaolin teraktivasi asam sulfat (MS).

Tabel 4.1 Identifikasi Puncak-puncak Serapan Hasil Preparasi

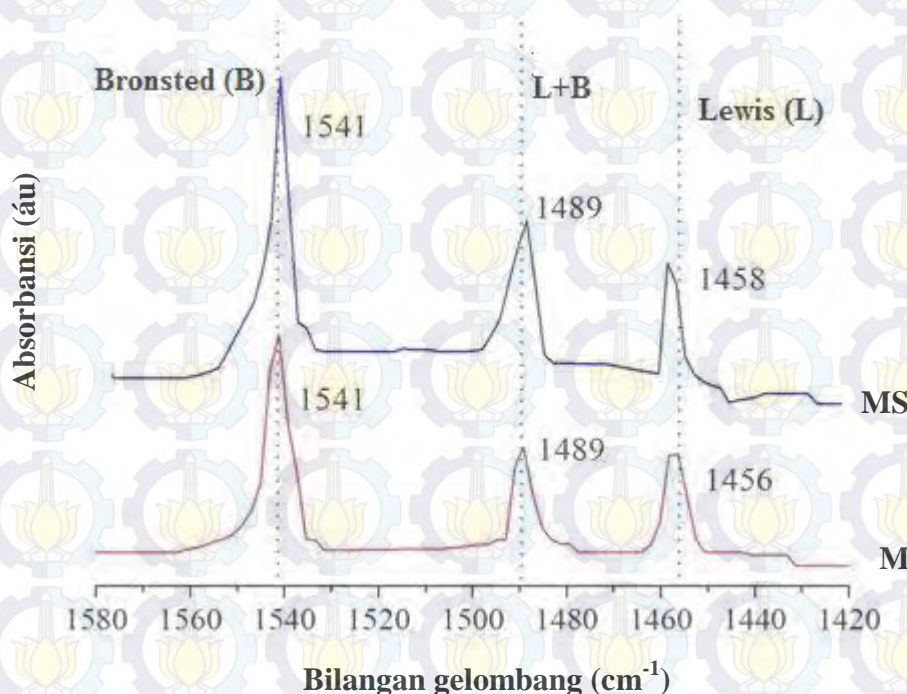
Puncak	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Serapan dari Gugus Fungsi
	Metakaolin (Konan dkk., 2014)	Metakaolin Hasil Preparasi	Metakaolin Teraktivasi Sulfat Hasil Preparasi	
1	3620	3490	3490	Gugus OH
2	1111	1112	1112	Vibrasi ulur Si-O
3	1019	1019	1019	Vibrasi ulur Si-O-Si
4	920	920	920	Vibrasi Al-O-H
4	690	690	690	Vibrasi tekuk Si-O-Al

4.2.3 Uji Keasaman

Uji keasaman sampel dilakukan dengan adsorpsi piridin. Pada penelitian ini, jumlah sisi asam dalam sampel ditentukan dengan melakukan evakuasi sampel pada suhu 400°C selama 4 jam, dilanjutkan adsorpsi piridin pada suhu kamar, serta desorpsi pada suhu 150°C selama 3 jam. Setelah proses adsorpsi-desorpsi piridin terjadi, katalis didiamkan pada suhu kamar sambil terus dialiri nitrogen untuk mengeliminasi molekul piridin yang terfisisorpsi, sehingga terhindar dari adanya spectra yang tidak diinginkan pada daerah vibrasi piridin yang terkemisorpsi. Jumlah piridin yang teradsorpsi diamati dengan teknik spektroskopi inframerah pada daerah $1600\text{-}1400\text{ cm}^{-1}$. Semakin banyak piridin yang teradsorpsi, adsorbansi puncak yang muncul akan semakin tinggi pula, sehingga katalis semakin menunjukkan sifat keasamannya. Pita adsorpsi daerah piridin untuk uji keasaman metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Hasil analisis FTIR-piridin pada Gambar 4.3 untuk metakaolin (M) mempunyai tiga puncak utama antara $1400\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$. Puncak-puncak tersebut muncul pada daerah 1456 , 1489 dan 1541 cm^{-1} . Metakaolin teraktivasi asam sulfat (MS) mempunyai puncak yang hampir sama yaitu antara $1400\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$. Puncak-puncak tersebut muncul pada daerah 1458 , 1489 dan 1541 cm^{-1} . Molekul piridin yang berinteraksi dengan sisi asam Brønsted akan terprotonasi dan

teradsorp pada bilangan gelombang inframerah spesifik antara 1540-1545 cm^{-1} . Sementara itu, molekul piridin yang berinteraksi dengan sisi asam Lewis akan membentuk kompleks ikatan koordinasi. Interaksi ini memunculkan pita serapan pada daerah inframerah antara 1440-1452 cm^{-1} . Sedangkan pita disekitar daerah 1490 cm^{-1} merupakan kombinasi dari asam Brønsted dan Lewis yang berikatan dengan piridin (Platon dan Thomson, 2003).

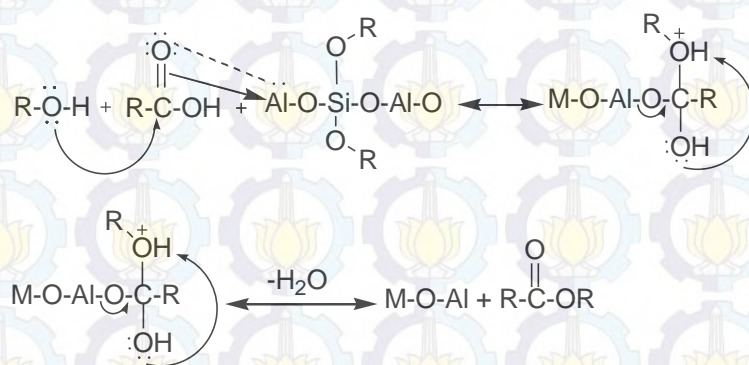


Gambar 4.3 Spektra FTIR dari sampel M dan MS setelah adsorpsi piridin

Hasil yang sama juga dilaporkan Nascimento, dkk.,(2011b) pita adsorpsi disekitar 1446 cm^{-1} dan 1546 cm^{-1} berturut-turut menunjukkan sisi asam Lewis dan Brønsted. Sedangkan pita adsorpsi disekitar 1489 cm^{-1} menunjukkan gabungan jumlah dari sisi asam Lewis dan Brønsted. Adapun jumlah sisi asam Lewis dan Brønsted dihitung dengan menggunakan persamaan yang merujuk pada Qani'ah (2014) dan hasil yang didapatkan bahwa jumlah sisi asam Lewis dan Brønsted untuk M, sebesar 0,0027 mmol/g dan 0,0024 mmol/g, sedangkan jumlah sisi asam Lewis dan Brønsted untuk MS, sebesar 0,0031 mmol/g dan 0,0028 mmol/g.

4.3 Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan Katalis Metakaolin

Reaksi esterifikasi dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak dengan asam lemak bebas tinggi (FFA>1,0%) (Destianna, dkk., 2007). Minyak goreng bekas yang digunakan pada penelitian ini memiliki kandungan FFA 3,072%, untuk menghasilkan biodiesel perlu dilakukan reaksi esterifikasi. Penelitian sebelumnya menyebutkan bahwa beberapa katalis asam heterogen yang telah digunakan untuk reaksi esterifikasi antara lain Al-MCM-41 (Carmo, dkk., 2009), metakaolin (Ortiz, dkk., 2011) dan metakaolin teraktivasi H₂SO₄ (Nascimento, dkk., 2006). Pada penelitian ini dilakukan reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis M dan MS, dimana Al pada metakaolin berindak sebagai asam lewis yang berperan dalam reaksi. Berdasarkan analogi mekanisme yang diusulkan oleh Cirujano, dkk., (2014) ditunjukkan pada Gambar 4.4, reaksi terjadi melalui beberapa tahapan, yaitu: diawali dengan terbentuknya karbokation pada karbonil asam lemak akibat serangan nukleofil metanol. Elektron pada karbonil menyerang Al pada metakaolin sehingga OH pada metanol bermuatan positif. Keadaan ini merupakan bentuk struktur yang tidak stabil sehingga distabilkan oleh elektron dari oksigen pada OH asam lemak yang selanjutnya terjadi pembebasan air. Metil ester dibentuk dari karbonil melalui pemutusan ikatan Al-O.



Gambar 4.4 Usulan mekanisme esterifikasi dengan katalis metakaolin (Cirujano, dkk., 2014).

Pada penelitian ini, reaksi esterifikasi antara minyak goreng bekas dan metanol dilakukan dengan rasio molar metanol/minyak, 20:1, 25:1, 30:1 dan 35:1. Reaksi ini dikatalisis oleh metakaolin. Katalis asam dilarutkan terlebih dahulu

lebih besar dengan katalis metakaolin teraktivasi asam sulfat, sesuai hasil karakterisasi dengan FT-IR Piridin, dimana metakaolin teraktivasi asam sulfat metakaolin teraktivasi asam sulfat memiliki sisi asam lebih besar dari metakaolin.



Gambar 4.6 Hasil titrasi biodiesel untuk uji FFA

4.4 Variasi Kondisi Reaksi Esterifikasi Minyak Goreng Bekas

Variasi kondisi reaksi esterifikasi dilakukan untuk mendapatkan *yield* metil ester/biodiesel yang maksimum. Beberapa parameter kondisi yang dilakukan variasi pada penelitian ini, antara lain konsentrasi rasio molar metanol:minyak dan waktu reaksi.

4.4.1 Pengaruh Rasio Molar Minyak:Metanol

Variasi rasio molar methanol/minyak dilakukan pada reaksi eseterifikasi dengan jumlah katalis, 3% berat dan suhu 160°C. Biodiesel yang dihasilkan dari variasi rasio metanol/minyak ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Biodiesel hasil esterifikasi minyak goreng bekas.

Moo, dkk., (2010) melaporkan bahwa rasio molar metanol merupakan salah satu parameter penting yang mempengaruhi konversi asam lemak bebas. Secara teori, esterifikasi membutuhkan satu mol metanol per mol asam lemak bebas. Reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversibel, sehingga jumlah metanol yang berlebih dapat menggeser kesetimbangan ke arah pembentukan ester. Persentase konversi asam lemak bebas pada variasi rasio metanol/minyak ditunjukkan pada Gambar 4.8. Konversi asam lemak bebas meningkat hingga 83,35% dengan meningkatnya perbandingan molar metanol terhadap minyak sampai 30:1. Peningkatan ini disebabkan oleh semakin banyaknya jumlah molekul metanol sehingga laju reaksi molekul minyak terhadap molekul metanol semakin meningkat. Ketika rasio molar metanol terhadap minyak ditingkatkan menjadi 35:1, maka konversi asam lemak bebas turun menjadi 73,2%. Hasil kondisi reaksi optimum dengan katalis metakaolin, selanjutnya diterapkan pada metakaolin teraktivasi asam sulfat dan menghasilkan FFA sebesar 93,34%. Hasil tersebut lebih tinggi dibandingkan katalis metakaolin.

Gan, dkk (2012) melaporkan bahwa esterifikasi asam lemak bebas dari minyak jelantah menggunakan katalis asam heterogen menunjukkan peningkatan konversi asam lemak bebas seiring dengan peningkatan rasio molar metanol terhadap minyak. Peningkatan konversi dapat dijelaskan dengan menggunakan prinsip Le Chatelier. Ketika konsentrasi metanol meningkat, maka kesetimbangan ke arah produk juga meningkat, sehingga menghasilkan konversi akhir yang lebih tinggi dari asam lemak bebas menjadi metil ester. Selain itu, dari perspektif massa, dengan meningkatkan rasio reaktan, viskositas dari campuran reaksi menurun. Hal ini dapat membantu pencampuran yang lebih baik antara reaktan dan katalis yang meningkatkan laju perpindahan massa dan akhirnya menghasilkan konversi yang lebih tinggi.

Hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh Lianhua, dkk (2010), pada reaksi esterifikasi FFA yang tinggi dari Tung *Oil* dengan katalis asam padatan menyebabkan terjadinya peningkatan konversi asam lemak bebas dari konversi asam lemak bebas dari 84,95% menjadi 90,21% pada rasio molar metanol/minyak, 4:1 ke 8:1. Ketika rasio molar minyak terhadap metanol sebesar 1:10, konversi asam lemak bebas menurun menjadi 84,9%. Konversi asam lemak

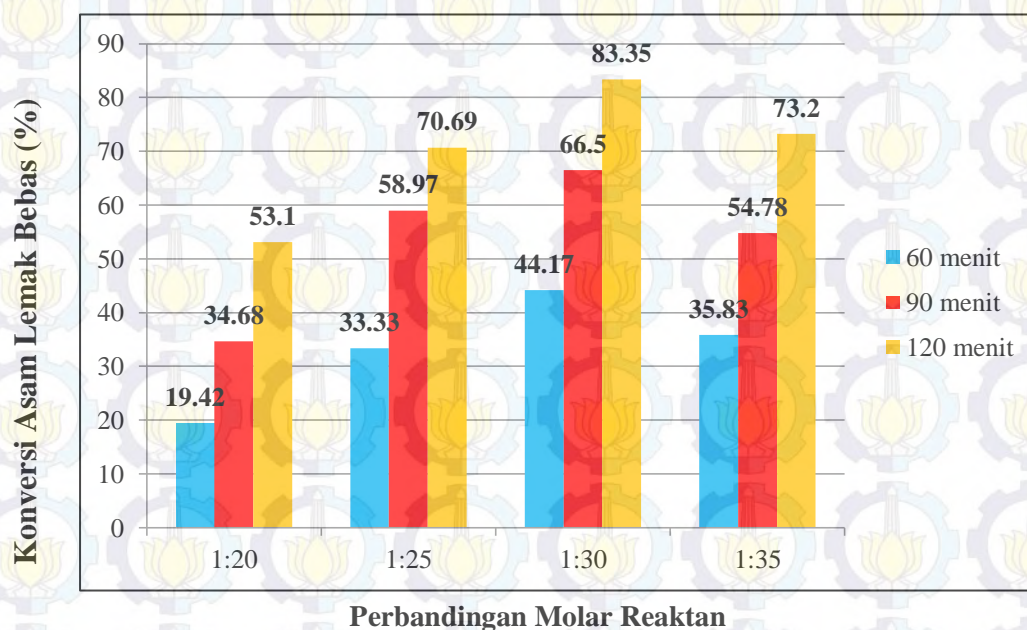
bebas yang maksimum diperoleh dengan rasio molar metanol terhadap minyak sebesar 8:1. Penurunan asam lemak bebas seiring dengan peningkatan jumlah metanol. Hal ini disebabkan reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversibel dan metanol yang berlebih dapat meningkatkan kepolaran di dalam sistem reaksi sehingga reaksi berjalan lebih lambat. Peningkatan rasio molar metanol terhadap minyak menyebabkan air yang terbentuk semakin banyak sehingga dapat mengurangi keasaman dari gugus hidroksil. Ketika rasio molar metanol minyak terlalu tinggi, metanol yang berlebih akan menyebabkan penjenhuan sisi aktif katalis. Oleh karena itu, peningkatan rasio molar metanol minyak menghalangi konversi asam lemak bebas terprotonasi pada sisi aktif (Shu, dkk., 2010; Yin, dkk., 2012). Liu, dkk., (2009) melaporkan bahwa metanol dapat berfungsi sebagai pengemulsi karena metanol yang berlebih menyebabkan viskositas campuran meningkat sehingga menghambat pembentukan metil ester. Meskipun demikian, hal ini ada batasannya, dimana pada titik tertentu, jumlah metanol yang berlebih tidak mempunyai pengaruh yang signifikan pada *yield* yang dihasilkan. Oleh karena itu, pada penelitian ini dapat mencapai kesetimbangan pada perbandingan molar metanol terhadap minyak sebesar 30:1.

4.4.2 Pengaruh waktu reaksi

Nascimento, dkk (2011a) melaporkan bahwa konversi meningkat ketika waktu reaksi ditingkatkan. Pada penelitian ini, semakin lama waktu yang digunakan untuk bereaksi, konversi asam lemak bebas semakin tinggi. Pengaruh waktu reaksi esterifikasi minyak goreng bekas terhadap konversi asam lemak bebas ditunjukkan pada Gambar 4.9.

Konversi tertinggi diperoleh pada waktu 120 menit dengan rasio molar methanol/minyak, 30:1 sebesar 83,35%. Hasil penelitian ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Carmo, dkk (2009) yang telah melakukan reaksi esterifikasi asam palmitat menggunakan katalis Al-MCM-41 menghasilkan konversi sebesar 67% selama 1 jam dan konversi meningkat menjadi 79% selama 2 jam. Ortiz, dkk (2011) mengatakan bahwa konversi maksimum limbah minyak jagung sebesar 92,5% selama 2 jam. Konversi menurun ketika waktu reaksi 3 jam, menjadi 87%.

Ketika konversi FAME maksimum telah mencapai waktu reaksi yang panjang, permukaan katalis ditutupi oleh minyak sehingga menonaktifkan katalis.



Gambar 4.8 Pengaruh waktu reaksi pada reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin pada suhu 160°C.

Konversi tertinggi diperoleh pada waktu 120 menit dengan rasio molar metanol/minyak, 30:1 sebesar 83,35%. Peningkatan pada waktu 180 menit, menyebabkan kadar FFA turun menjadi 75,36%. Hasil penelitian ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Carmo, dkk (2009) yang telah melakukan reaksi esterifikasi asam palmitat menggunakan katalis Al-MCM-41 menghasilkan konversi sebesar 67% selama 1 jam dan konversi meningkat menjadi 79% selama 2 jam. Ortiz, dkk (2011) mengatakan bahwa konversi maksimum limbah minyak jagung sebesar 92,5% selama 2 jam. Konversi menurun ketika waktu reaksi 3 jam, menjadi 87%. Ketika konversi FAME maksimum telah mencapai waktu reaksi yang panjang, permukaan katalis ditutupi oleh minyak sehingga menonaktifkan katalis.

4.5 Analisis Karakteristik Biodiesel Minyak Goreng Bekas

Karakteristik biodiesel hasil reaksi esterifikasi yang akan ditentukan adalah densitas dan jenis metil ester dari biodiesel. Jenis metil ester biodiesel ditentukan menggunakan Gas Kromatografi (GC).

4.5.1 Densitas Biodiesel

Karakteristik biodiesel minyak goreng bekas yang dilakukan pada penelitian ini adalah densitas. Densitas menunjukkan perbandingan massa persatuan volume, karakteristik ini berkaitan dengan nilai kalor dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel persatuan volume bahan bakar (Choi dan Reitz, 1999). Uji densitas dapat diaplikasikan ke dalam pembelajaran menggunakan menggunakan piknometer ditunjukkan pada Gambar 4.9.

Biodiesel minyak goreng bekas yang disintesis menggunakan katalis M dengan waktu reaksi selama 2 jam dan suhu 160°C dengan variasi rasio molar metanol/minyak, 20:1, 25:1, 30:1 dan 35:1 berturut-turut memiliki densitas sebesar 0,881; 0,882, 0,880 dan 0,881 gram/cm³ dan untuk biodiesel yang dihasilkan dengan rasio 1:30, waktu reaksi 2 jam dan suhu 160 °C menggunakan katalis MS mempunyai densitas hampir sama dengan biodiesel yang dihasilkan dengan katalis M, yaitu 0,880 gram/cm³ (Tabel 4.1).

Tabel 4.1 Densitas biodiesel minyak goreng bekas dengan variasi rasio molar minyak:metanol.

No.	Rasio Molar Metanol:Minyak	Densitas
		(g/cm ³)
1.	20:1	0,880
2.	25:1	0,882
3.	30 ^a :1	0,881
4.	30 ^b :1	0,881
5.	35:1	0,881
ASTM D 6751		0,860-0,90
SNI 04-7182		0,850-0,890

^aKatalis M dan ^bKatalis MS

Variasi rasio molar methanol/minyak tidak mempengaruhi densitas biodiesel. Densitas biodiesel pada penelitian ini telah memasuki nilai standar biodiesel berdasarkan ASTM D 6751 dengan *range* nilai densitas 0,860-0,90 g/cm³ dan SNI 04-7182 pada *range* 0,850-0,890 g/cm³. Biodiesel minyak goreng bekas yang telah diperoleh menggunakan katalis metakaolin dengan densitas 0,880 memiliki densitas yang hampir sama dengan biodiesel minyak goreng bekas yang telah disintesis menggunakan katalis H-ZSM-5 (Chung, dkk., 2008).



Gambar 4.9 Pengukuran densitas dengan piknometer.

4.5.2 Uji nyala

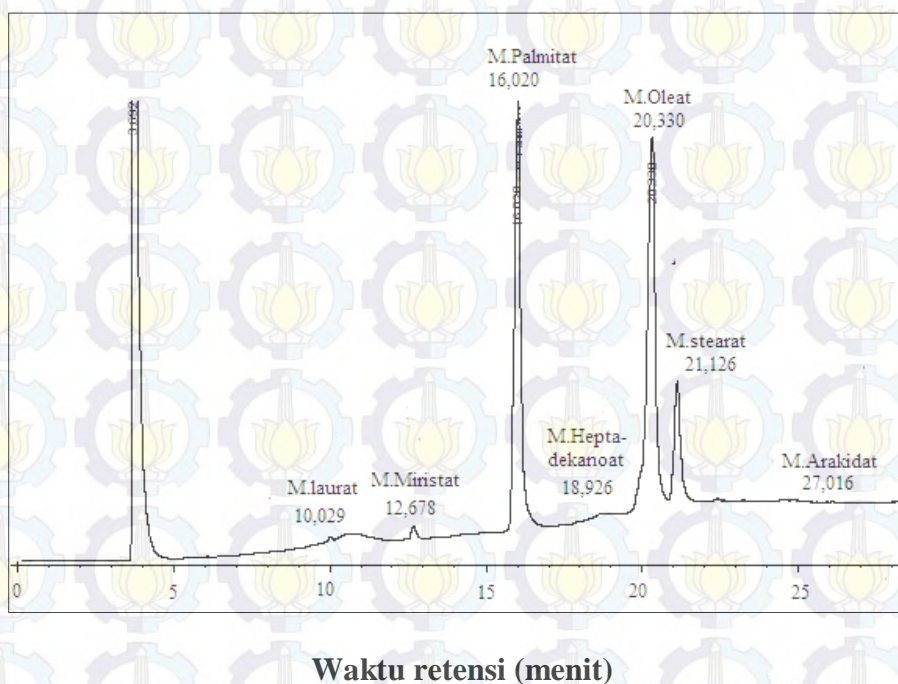
Biodiesel yang dihasilkan kemudian di uji nyala. Hasil uji nyala dari biodiesel ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Uji nyala biodiesel

4.5.3 Analisis Jenis dan Kandungan Metil Ester

Biodiesel minyak goreng bekas ditentukan jenis kandungan metil esternya melalui teknik GC. Area masing-masing puncak pada kromatogram GC yang telah diperoleh, dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi metil ester. Area pada puncak sebanding dengan jumlah konsentrasi masing-masing metil ester. Konsentrasi masing-masing metil ester pada sampel biodiesel dapat dihitung menggunakan kurva kalibrasi yang dibuat dengan melakukan variasi konsentrasi masing-masing metil ester. Kromatogram biodiesel yang dihasilkan dari minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin 3% berat, rasio minyak:metanol 1:30, waktu reaksi 2 jam dan suhu 160°C ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Kromatogram biodiesel yang dihasilkan dari minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin 3% berat, rasio metano/minyak, 1:30, waktu reaksi 2 jam dan suhu 160°C.

Berdasarkan kromatogram GC pada Gambar 4.10 terdapat 7 jenis metil ester penyusun biodiesel minyak goreng bekas antara lain metil laurat (t:10,029), metil miristat (t:12,678), metil palmitat (t:16,020), metil heptadekanoat (t:18,926), metil oleat (t:20,330), metil stearat (21,126) dan metil arakidat (27,016). Konsentrasi metil paling tinggi pada biodiesel minyak goreng bekas tersebut yaitu metil palmitat dengan konsentrasi $3,03644 \cdot 10^5$ mg/L. Pada penelitian, *yield* dengan

katalis metakaolin sebesar 53% dan *yield* untuk metakaolin teraktivasi sebesar 62%. Hasil *yield* ini menunjukkan bahwa aktivasi katalis dari metakaolin teraktivasi lebih baik daripada metakaolin.

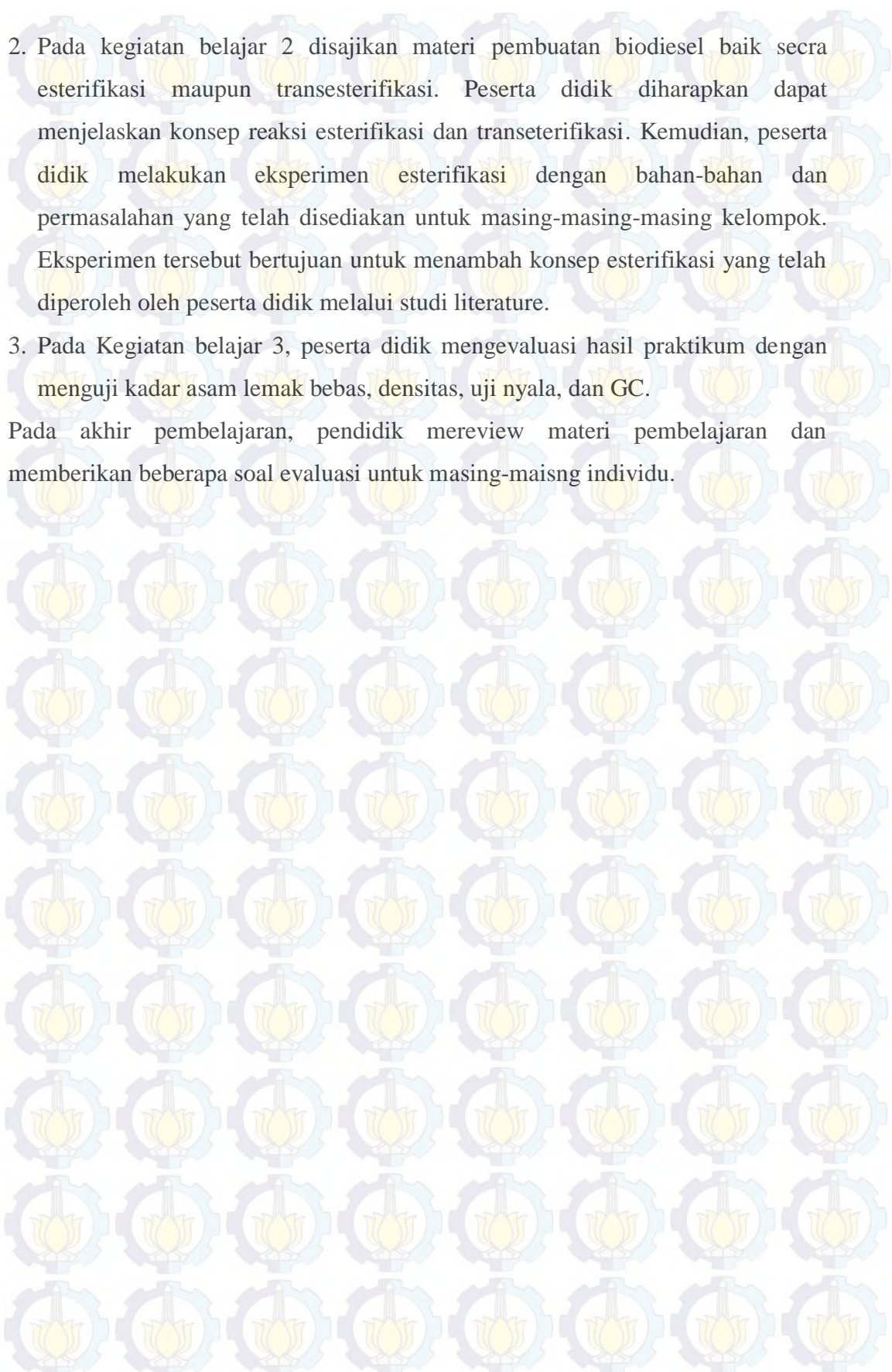
4.6 Lembar Kerja Praktikum

Reaksi esterifikasi disajikan dalam Lembar Kerja Praktikum berbasis laboratorium menggunakan strategi pembelajaran berbasis masalah dengan capaian pembelajar sebagai berikut:

1. Mampu mengkaji dan menyelesaikan masalah-masalah kualitatif dan kuantitatif dalam sains kimia baik secara individual dan kelompok.
2. Mampu berfikir kritis dan empiris dalam mengkaji dan menyelesaikan masalah dalam kehidupan sehari-hari.
3. Mampu mendemonstrasikan contoh reaksi kimia dalam kehidupan sehari-hari.
4. Mampu mengidentifikasi biodiesel yang terbentuk, memisahkan menggunakan peralatan yang ada, dan menguji karakteristik biodiesel.
5. Mampu mengumpulkan data dan informasi, melakukan analisis dengan benar, menggunakan bukti kualitatif dan kuantitatif untuk menyusun argumentasi ilmiah dan mengambil keputusan yang tepat, serta mendokumentasikan dengan detail dan sistematis.
6. Mampu mempresentasikan hasil yang diperoleh sesuai dengan data dan informasi yang sudah diolah.

Pada Lembar Kerja Praktikum ini terbagi menjadi tiga kegiatan pembelajaran, yaitu:

1. Pada kegiatan belajar 1 disajikan sebuah permasalahan tentang krisis energi dan penggunaan energi alternatif, dimana peserta didik dapat menganalisis permasalahan tersebut. Permasalahan tersebut bertujuan untuk mengkaitkan materi yang akan diajarkan dengan kehidupan sehari-hari sehingga dapat menggali kemampuan awal peserta didik. Tugas-tugas yang diberikan dalam Kegiatan Belajar 1, berupa mengkaji berbagai literatur tentang pembuatan biodiesel bertujuan untuk melatih peserta didik berpikir kritis dan mandiri sebelum pembelajaran inti di mulai.

- 
2. Pada kegiatan belajar 2 disajikan materi pembuatan biodiesel baik secara esterifikasi maupun transesterifikasi. Peserta didik diharapkan dapat menjelaskan konsep reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Kemudian, peserta didik melakukan eksperimen esterifikasi dengan bahan-bahan dan permasalahan yang telah disediakan untuk masing-masing-masing kelompok. Eksperimen tersebut bertujuan untuk menambah konsep esterifikasi yang telah diperoleh oleh peserta didik melalui studi literature.
 3. Pada Kegiatan belajar 3, peserta didik mengevaluasi hasil praktikum dengan menguji kadar asam lemak bebas, densitas, uji nyala, dan GC.
- Pada akhir pembelajaran, pendidik mereview materi pembelajaran dan memberikan beberapa soal evaluasi untuk masing-masing individu.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

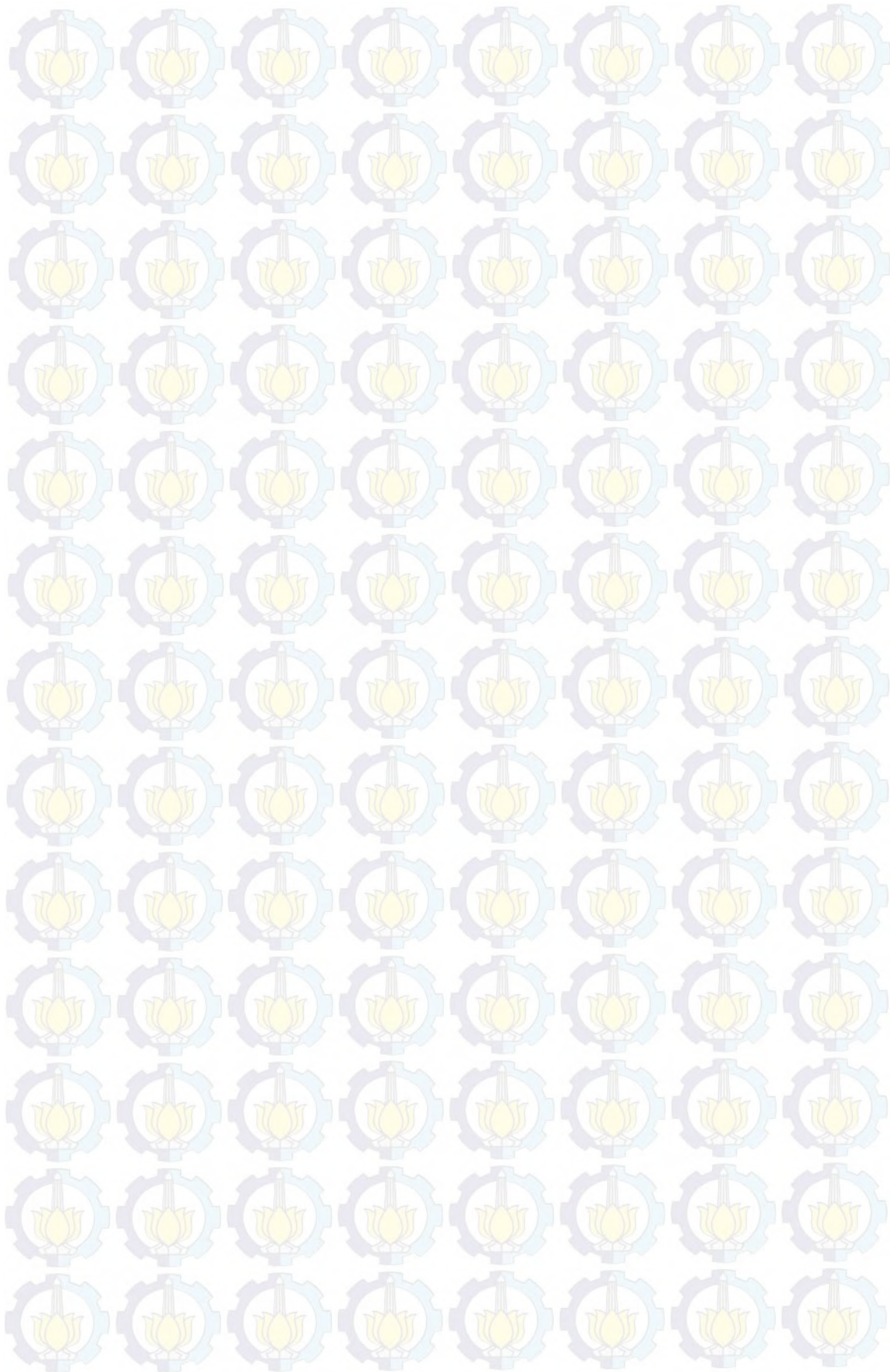
5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini, katalis metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat telah berhasil dipreparasi. Hasil pengujian keasaman katalis dengan metode FTIR piridin menunjukkan bahwa katalis metakaolin memiliki sisi asam Lewis dan Brønsted. Hasil esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin pada penelitian ini menunjukkan bahwa pada kondisi rasio molar metanol/minyak. 30:1, waktu reaksi 2 jam dan suhu 160 °C dihasilkan konversi FFA paling besar yaitu 83,35%. Pada kondisi reaksi yang sama metakaolin teraktivasi memiliki aktivitas yang lebih baik dibandingkan metakaolin yaitu dengan nilai konversi FFA 93,34%. Karakteristik densitas biodiesel minyak goreng bekas sesuai dengan standar ASTM D 6751 dan SNI 04-7182 yaitu 0,881 g/cm³. Kandungan utama biodiesel minyak goreng bekas yaitu metil palmitat. Berdasarkan teknik GC diperoleh *yield* biodiesel pada reaksi kondisi optimum dengan katalis metakaolin sebesar 53% dan katalis metakaolin teraktivasi asam sulfat sebesar 62%. Data penelitian esterifikasi kemudian digunakan sebagai indikator kinerja praktikum esterifikasi pada mata kuliah Dasar Kimia Organik. Capaian pembelajaran pada mata kuliah Dasar Kimia Organik, yaitu mampu mendemonstrasikan pengetahuan dan menerapkan prinsip dan konsep kimia. Lembar Kerja Praktikum Reaksi Esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis asam heterogen disusun dengan tujuan untuk membantu peserta didik memahami konsep reaksi esterifikasi.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini adalah perlu dilakukan optimasi reaksi dengan parameter reaksi esterifikasi yang lain menggunakan katalis metakaolin teraktivasi asam sulfat.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

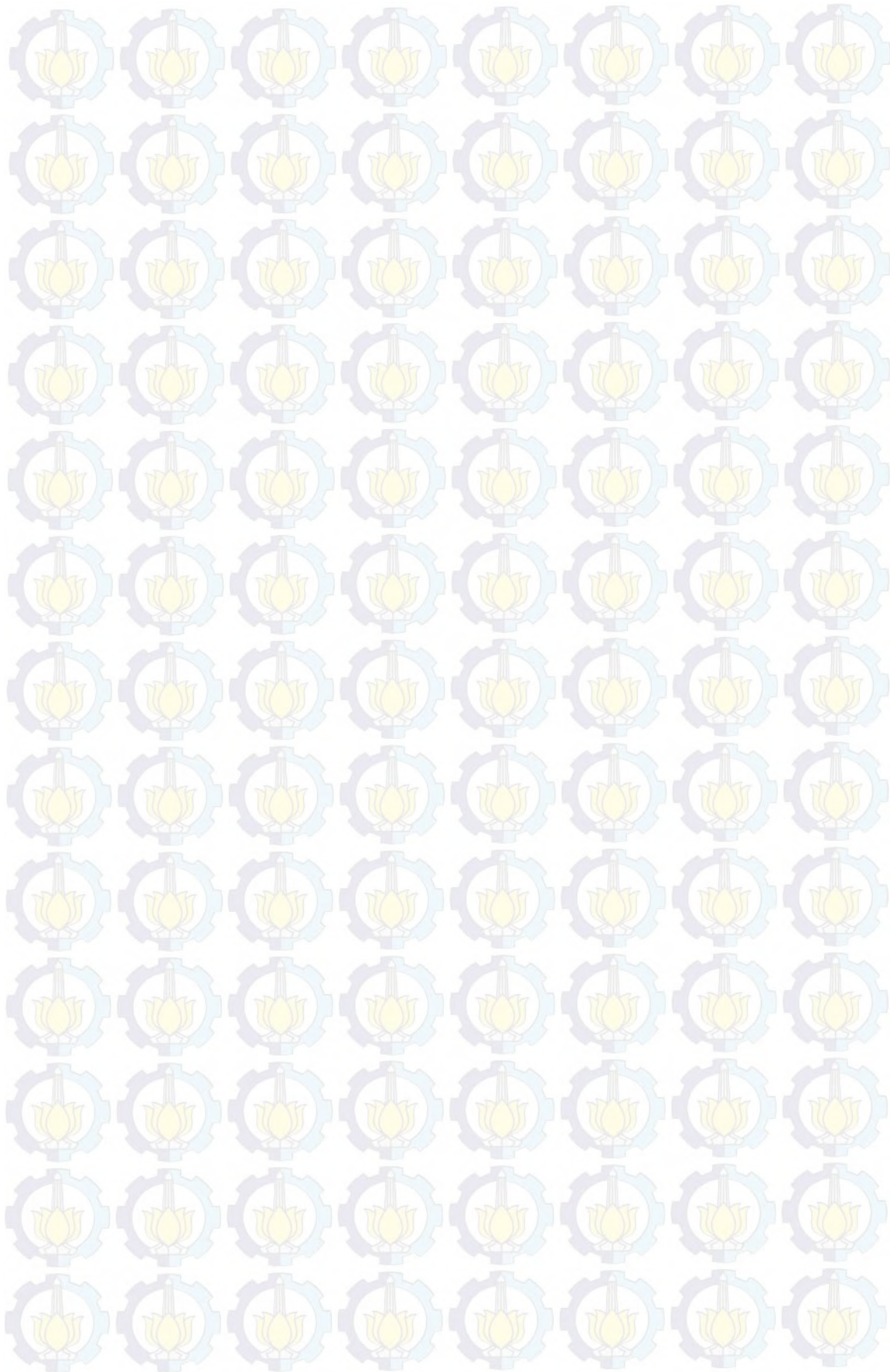
5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini, katalis metakaolin dan metakaolin teraktivasi asam sulfat telah berhasil dipreparasi. Hasil pengujian keasaman katalis dengan metode FTIR piridin menunjukkan bahwa katalis metakaolin memiliki sisi asam Lewis dan Brønsted. Hasil esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis metakaolin pada penelitian ini menunjukkan bahwa pada kondisi rasio molar metanol/minyak. 30:1, waktu reaksi 2 jam dan suhu 160 °C dihasilkan konversi FFA paling besar yaitu 83,35%. Pada kondisi reaksi yang sama metakaolin teraktivasi memiliki aktivitas yang lebih baik dibandingkan metakaolin yaitu dengan nilai konversi FFA 93,34%. Karakteristik densitas biodiesel minyak goreng bekas sesuai dengan standar ASTM D 6751 dan SNI 04-7182 yaitu 0,881 g/cm³. Kandungan utama biodiesel minyak goreng bekas yaitu metil palmitat. Berdasarkan teknik GC diperoleh *yield* biodiesel pada reaksi kondisi optimum dengan katalis metakaolin sebesar 53% dan katalis metakaolin teraktivasi asam sulfat sebesar 62%. Data penelitian esterifikasi kemudian digunakan sebagai indikator kinerja praktikum esterifikasi pada mata kuliah Dasar Kimia Organik. Capaian pembelajaran pada mata kuliah Dasar Kimia Organik, yaitu mampu mendemonstrasikan pengetahuan dan menerapkan prinsip dan konsep kimia. Lembar Kerja Praktikum Reaksi Esterifikasi minyak goreng bekas dengan katalis asam heterogen disusun dengan tujuan untuk membantu peserta didik memahami konsep reaksi esterifikasi.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini adalah perlu dilakukan optimasi reaksi dengan parameter reaksi esterifikasi yang lain menggunakan katalis metakaolin teraktivasi asam sulfat.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR PUSTAKA

- Alenezi, R., Leeke, G.A., Winterbottom, J.M., Santos, R.C.D., dan Khan, A.R. (2010), Esterification Kinetics of Free Fatty Acids With Supercritical Methanol For Biodiesel Production”, *Energy Conversion and Management*, Vol.51, HAL 1055-1059.
- Balat, M. dan Balat, H. (2010), “Progress in Biodiesel Processing”, *Applied Energy*, Vol. 87, hal. 1815-1835.
- Belver, C. dan Vicente, A.M. (2006), “Easy Synthesis of K-F Zeolite from Kolin, and Characterization of This Zeolite”, *Journal of Chemical Education*, Vol. 83, No. 10, hal. 1541-1542.
- Bladt, D., Murray, S., Gitch, B., Trout, H., Liberko, C. (2011),”Acid-Catalyzed Preparation of Biodiesel from Waste Vegetable Oil: An Experiment for the Undergraduate Organic Chemistry Laboratory”, *Chemical Education*, Vol. 88, No. 2, hal. 201-203.
- Borgez, M.E., Diaz,L. (2012), “Recent Developments on Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production by oil esterification and transesterification reactions”, *Renewable and Sustainable Reviews*, Vol. 16, hal. 2839-2849.
- Brown, A. M. dan Quintana, I.R, (2007), *The Biofuel Project: Creating Biodiesel*, Departement of Energy., United State of America.
- Bucholtz, E.C. (2007), “Biodiesel Synthesis and Evaluation: An Organic Chemistry Experiment”, *Journal of Chemical Education*, Vol. 84, No. 2.
- Carmo Jr, Alipio C., Souza de, Luiz K.C., Costa da, Carlos E.F., Longo, E., Zamian, Jose, R., Filho, Rocha da, Geraldo N. (2009), “Production of Biodiesel by Esterification of Palmitic Acid Over Mesoporous Aluminosilicate Al-MCM-41”, *Fuel*, Vol. 88, hal. 461-468.
- Choi, C.Y dan Reitz, R.D., 1999. A numerical analysis of the emissions characteristics of biodiesel blended fuels, *Journal of Engineering Gas Turbine Power*, 121, 31–37.
- Chung, K.H., Chang, D.R., Park, B.G. (2008),” Removal of free fatty acid in waste frying oil by esterification with methanol on zeolite catalysts”, *Bioresource Technology*, Vol. 16, hal. 7438-7443.
- Cirujano, F.G., Corma, A., Xamena, F.X.L. (2014) “Zirconium-containing metal organic frameworks as solid acidcatalysts for the esterification of free fatty

acids: Synthesis of biodiesel and other compounds of interest”, Catalyst Today, No, xxxx

Daskolia, M., Dimos, A., Kampylis, G Panagiotis. (2012), “Secondary teachers’s Conceptions of Creative Thinking Within the Context of Environmental Education”, *International Journal of Environmental and Science Education*, Vol. 7, No. 2, hal. 269-290.

Departemen Pendidikan Nasional, (2008), *Pedoman Umum Pengembangan Bahan Ajar*, Direktorat Jenderal Pendidikan Dasar dan Menengah Direktorat Pendidikan Menengah Umum., Jakarta.

Departemen Perindustrian, (2007), *Gambaran Sekilas Industri Minyak Kelapa Sawit*, Pusat Data dan Informasi., Jakarta.

Destiana, M., Zandy, A., Nezef. dan Puspasari, S. (2007),”Intensifikasi Proses Produksi Biodiesel”. *Lomba Karya Ilmiah Mahasiswa*, ITB.

Drapcho, M.C., Nhuan Phu, Nghiem., Walker, H.T, (2008), *Biofuels Engineering Process Technology*, Mc. Graw Hill Companies, Inc., The United States of America.

Eggen, P. dan Kauchak, D. (2012), *Strategie and Models for Teachers: Teaching Content and Thinking Skills, Sixth Edition*. Boston, Pearson Education, Inc.

Gan, S., Kiat Ng, H., Hinn, C.P., Lim, L.F. (2012),”Heterogeneous Free Fatty Acids Esterification in Waste Cooking Oil Using Ion-Exchange Resins”, *Fuel Processing Technology*, Vol. 102, Hal. 67-72.

Hard, H., Craine, L.I., J.Hart, D. (2003), *Kimia Organik Suatu Kuliah Singkat Edisi Kesebelas*. Erlangga., Jakarta.

Harvey, David, (1956), *Modern Analytical Chemistry*, The United States of America., Mc.Graw Hill.

Hofstein, A., dan Lunetta, V. N. (2003), *The Laboratory in Science Education: Foundations for the Twenty-First Century*, Wiley Periodicals, Inc., United States.

Ismunandar, (2004), *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya*, Departemen Kimia FMIPA ITB., Bandung.

Issariyakul, T., Dalai, A . (2014), “Biodiesel from Vegetable Oils”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, Vol. 31, hal. 446-471.

Jacobson, K., Gopinath, R., Meher, L., dan Dalai, A.K, (2008), Solid Acid Catalyzed Biodiesel Production from Waste Cooking Oil. *Applied Catalysis B: Environmental*. Vol. 85. hal 86–91.

Jermy, R.B. dan Pandurangan, A. (2005), “Catalytic Application of Al-MCM-41 in The Esterification of Acetic Acid With Various Alcohols”, *Applied Catalyst A*, Vol. 288, hal. 25-33.

Konan, K.L., Peyratout, C., Smith, A., Bonnet, J.P., Rossignol, S., Oyetola, S. (2009), “Comparison of Surface Properties Between Kaolin and metakaolin in Concentrated Lime Solutions”, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol.339, hal. 103-109.

Leite, L., dan Duorado, L. (2013), “Laboratory Activities, Science Education and Problem-Solving Skills”, *Procedia-Social and Behavioral Sciences*, Vol. 106, hal. 1677-1686.

Lenarda, M., Storaro, L., Talon, A., Moretti, E., Riello, P. (2007), “Solid Acid Catalyst from Clays: Preparation of Mesoporous Catalyst by Chemical Activation of Metakaolin Under Acid Condition”, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 311, hal. 537-543

Leofanti, G., Tozzola, G., Padovan, M., Petrini, G., Bordiga, S., Zecchina, A. (1997),”Catalyst Characterization: applications”, *Catalysis Today*, Vol. 34, hal. 329-352.

Lianhua, L., Pengmei, L., Wen, L., Zhongming, W., Zhenhong, Y. (2010), “Esterification of High FFA Tung Oil with Solid Acid Catalyst in Fixed Bed Reactor”, *Biomass and Bioenergy*, Vol. 34, hal. 496-499.

Liu, Y., Wang, L., Yan, Y., (2009), “Biodiesel synthesis combining pre-esterification with alkali catalyzed process from rapeseed oil deodorizer distillate”. Vol. 90, hal. 857-862.

McKetta, John J., Cunningham, W.A. (1983), *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*, Marcel Dekker,Inc, New York and Bassel.

Meyer, (1989), *Chemistry of Hazardous Materials*, Prentice Hall Building.

Moo P, Y., Ho Chung, S., Eom, H, J., Suk Lee, J., Young L, K., (2010),”Tungsten Oxide Zirconia as Solid Superacid Catalyst for Esterification of Waste Acid Oil (dark Oil)”, *Bioresource Technology*, Vol. 101, hal. 6589-6593.

Murugesan, A., Umarani, C., Subramanian, R., dan Nedunchezian, N., (2008), “Biodiesel as an Alternative Fuel for Diesel Engines “, A Review, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, Vol. XXX, Hal XXX-XXX.

- Nascimento do, S, Luis, Aldriano., Tito, M.Z, Laura., Angelica, S.R., Costa da, E.F, Carlos., Zamian., J.R., Filho, Rocha da, N.G. (2011a), "Esterification of Oleic Acid Over Solid Acid Catalyst Prepared from Amazon flint Kaolin", *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 101, hal. 495-503.
- Nascimento do, S, Luis, Aldriano., Angelica, S.R., Costa da, E.F, Carlos., Zamain, J.R., Filho, Rocha da, N.G. (2011b) "Comparative Study Between Catalyst for Esterification Prepared from Kaolins", *Applied Clay Science*, Vol. 51, hal. 267-273.
- Oliveira de, A., Silva, C.L ., Oliviera Pires de, L.H., Nascimento do, S, Luis, A., Angelica, S.R., Angelica, R.S., Costa da, C.E.F., Zamian, J.R., Rocha, F.G.N. (2013), "Microwave-assited preparation of a new esterifiacation catalyst from waste flint kaolin", *Fuel*, Vol. 10, hal. 626-631.
- Omoosewo, E. O. (2006), "The Laboratory Teaching Method in Science Based Disciplines", *African Journal of Educational Studies*, Vol. 4, No. 2, hal. 65-73.
- Othmer. (1990), "*Encyclopedia of Chemical Technology*". John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Ortiz, R.J., Valtierra, M.J., Rosales, M. (2011), "Used Frying Oil for Biodiesel Production Over Kaolinite as Catalyst", *World Academy of Science, Engineering and Technology*, Vol. 5, Hal. 764-767.
- Perego, C. dan Villa, P. (1997), "Catalyst Preparation Methods", *Catalysis Today*, Vol. 34, hal. 281-305.
- Platon, A. dan Thomson. W.J (2003), "Quantitative Lewis/Brónsted Rasios using DRIFTS", *Industrial and Engineering Chemistry Research*, Vol. 42, hal. 5988-5992.
- Rodiq, R.O., Bell, C.E., Clark, K.A, (1997), *Organic Chemistry Laboratory Standard/Microscale Experiments*, Saunders College, The United Stated of America.
- Sari, P.L, (2010), Pengembangan Instrumen Performance Assesment Sebagai Bentuk Penilaian Berkarakter Kimia, *Seminar Nasional MIPA, Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY*.
- Sastrohamidjojo, H. (1992), "Spektroskopi Inframerah", Yogyakarta : Liberty. Yogyakarta.
- Sepulveda, M.J., Vallyathan, V., Attfield M.D., Piacitelli, L., & Tucker, J.H., (1983), Pneumoconiosis and lung function in a group of kaolin workers. *Am Rev Respir Dis*, 127: 231-235.

Shu, Q., Gao, J., Nawaz, Z., Liao, Y., Wang, D., Wang, J. (2010), "Synthesis of Biodiesel from Waste Vegetable Oil with Large Amounts of Free Fatty Acids using a Carbon-Based Solid Acid Catalyst", *Applied Energy*, Vol. 87, hal. 2589-2596.

Sibilia P., (1996), Guide to Material characterization and chemical analysis, second edition. *John Willey-VCH*, New York.

Skoog, D. A. and West, D. M., 1980. *Principle of Instrumental Analysis. Second Edition*. Sounders College, Philadelphia.

Susilo, B. (2006), Kelangkaan Energi dan Perlunya Biodiesel. Trubus Agrisarana, Surabaya.

Sutijan, M. dan Budiman, A. (2013), "Kinetika Reaksi Esterifikasi *Palm Fatty Acid Distillate* (PFAD) menjadi Biodiesel dengan Katalis Zeolit-Zirkonia Tersulfatasi", *Jurnal Rekayasa Proses*, Vol. 7, No. 2, hal. 59-64.

Wang, Y.L.P, dan Zhang, Z., (2007), "Preparation of Biodiesel From Waste Cooking Oil Via Two - Step Catalyzed Process", *Energy Conversion and Management*, Vol. 48, Hal. 184–188.

Wahyuni, Sri. dan Widiarti, Nuni. (2010), "Penerapan Pembelajaran Berbasis Masalah Berorientasi Chemo-Entrepreneurship Pada Praktikum Kimia", *Jurnal Inovasi Pendidikan Kimia*, Vol. 4, No. 1.

Whiston, C. dan Prichard, E.F, (1987), *X-ray Methods Analytical Chemistry by Open Learning*, John Wiley & Sons, London.

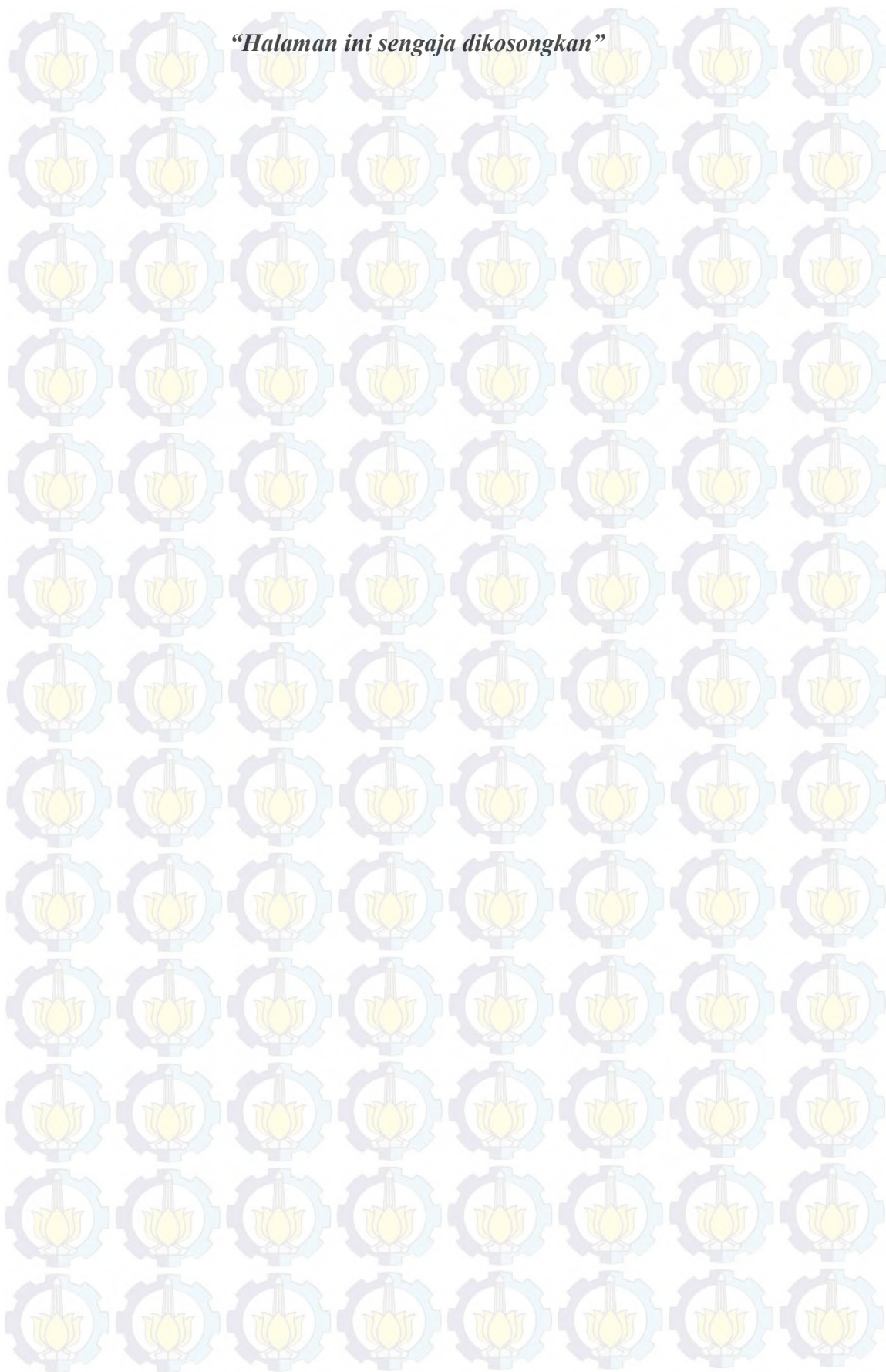
Yan, S., Salley, S.O., Simon Ng, K.Y. (2009), "Simultaneous Transesterification and Esterification of Unrefined or Waste Oils Over ZnO-La₂O₃ Catalysts", *Applied Catalysis A:General*, Vol. 353, hal. 203-212.

Yin, P., Chen, L., Wang, Z., Qu, R., Liu, X., Xu, Q., Ren, S. (2012), "Biodiesel Production from Esterification of Oleic Acid Over Aminophosponic Acid Resin D418", *Fuel*, Vol. xx, hal. Xx-xx

Zatta, L., Pereira, R.L., Wypych, F. (2013), "Acid-activated monthmorillonites as heterogeneous catalysts for the esterification of laurid acid with methanol", *Applied Clay Science*, Vol. 80, hal. 236-238.

_____, (2014), *Silabus Kimia ITS Kurikulum: 2014 – 2019*, ITS., Surabaya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

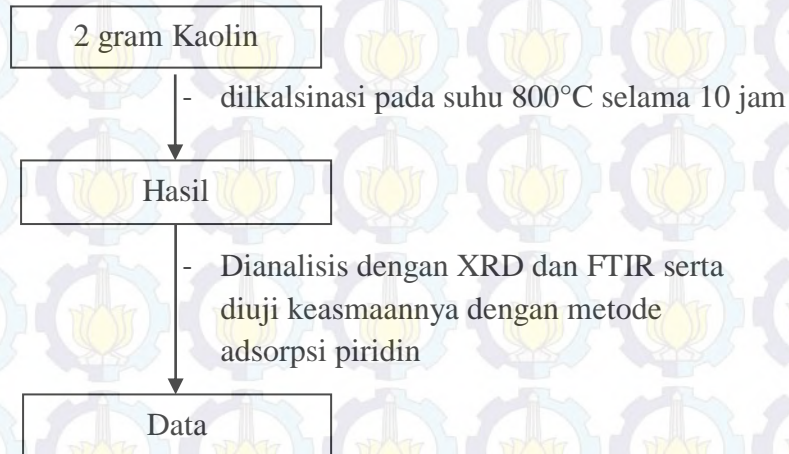


Lampiran 1

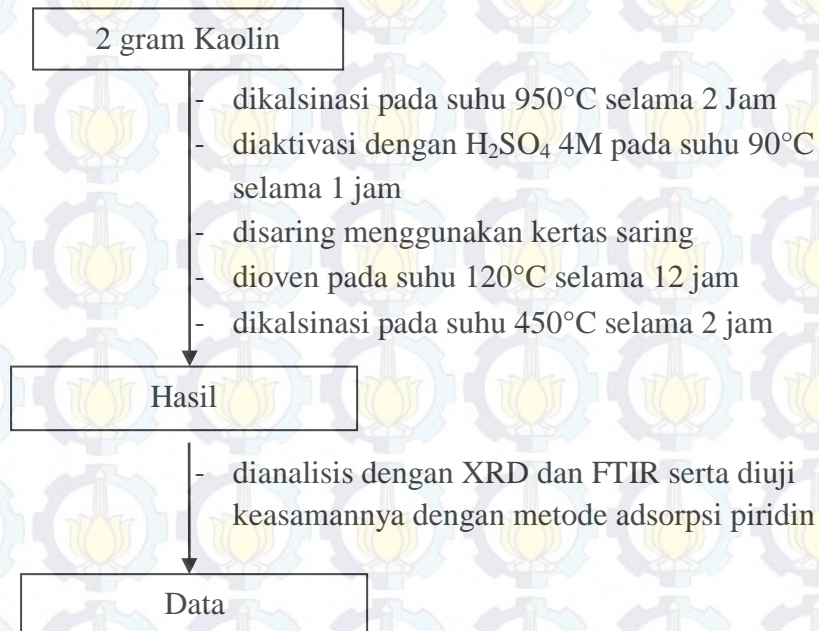
Preparasi Katalis Asam Heterogen

Alur Kerja

1. Preparasi Katalis Metakaolin

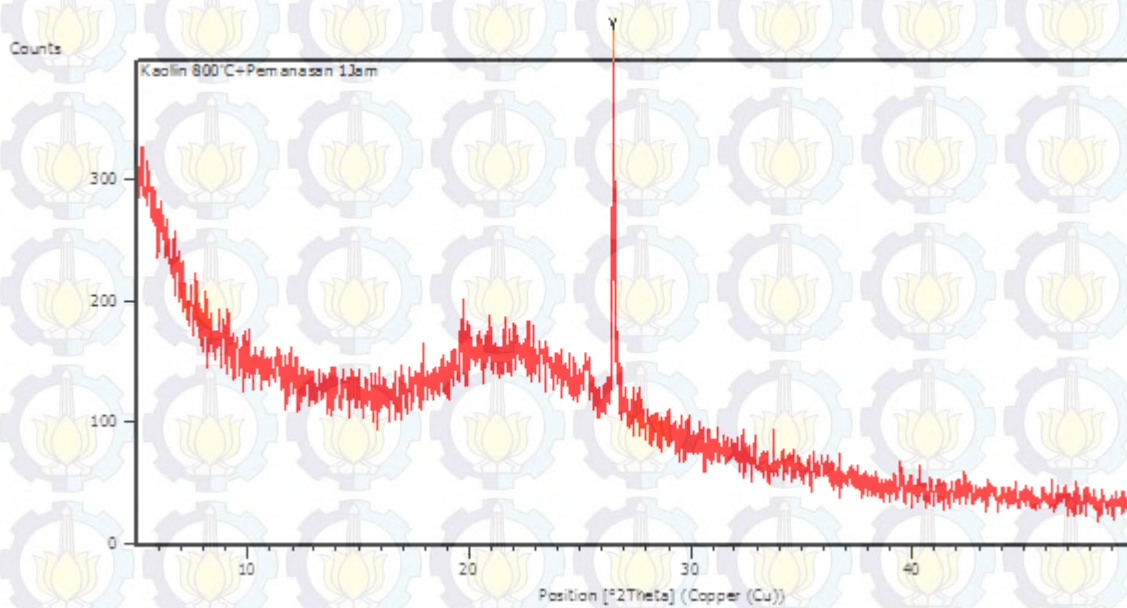


2. Preparasi Katalis Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat 4M



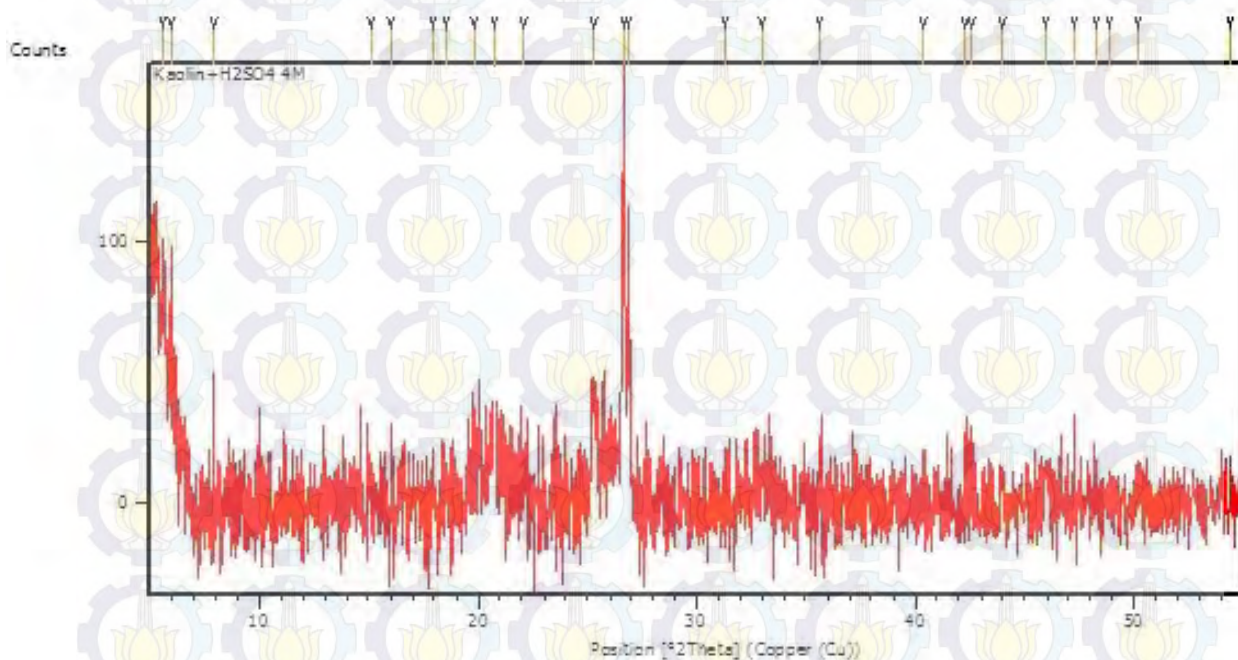
Lampiran 2 Karakterisasi Katalis

1. XRD Metakaolin



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.5027	269.68	0.0612	3.36048	100.00

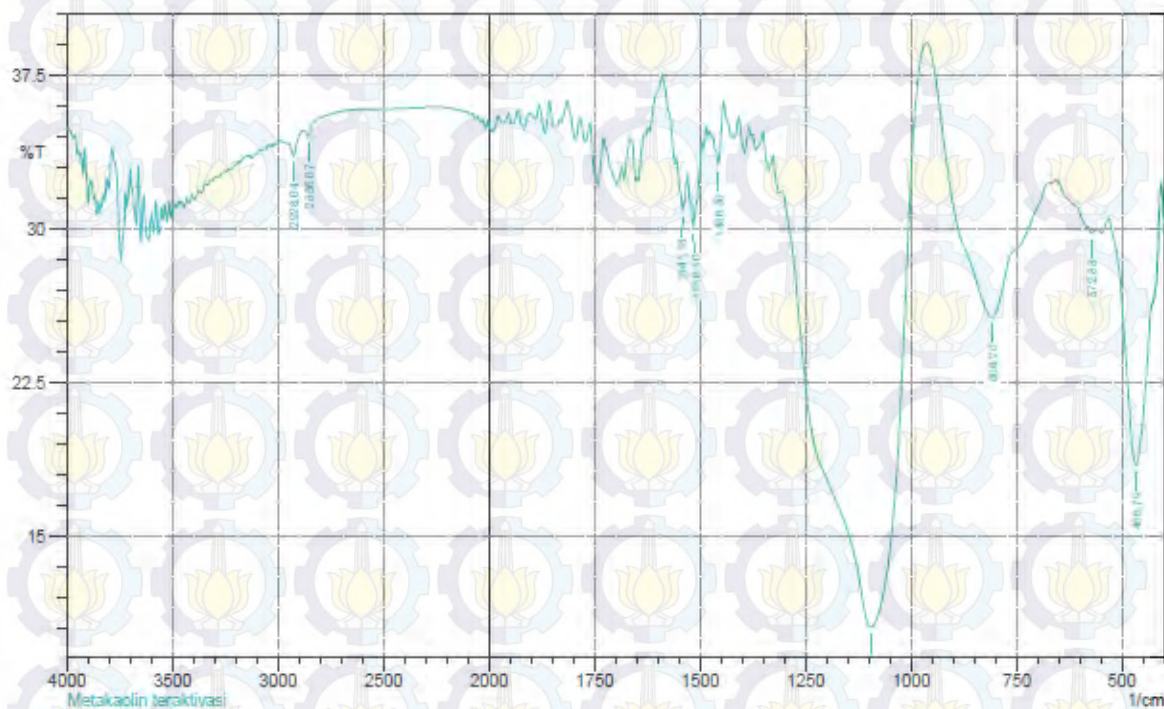
2. XRD Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.6220	135.48	0.1673	15.72001	80.19
5.9942	96.10	0.1673	14.74466	56.88
7.9622	29.90	0.0502	11.10420	17.69
15.0980	11.24	0.2342	5.86828	6.66
16.0166	30.59	0.0836	5.53371	18.11
17.9373	28.00	0.1338	4.94527	16.57
18.5492	28.15	0.2007	4.78350	16.66
19.8192	46.48	0.5353	4.47974	27.51
22.0970	53.65	0.4015	4.02285	31.75
25.2860	42.70	0.2007	3.52226	25.27
26.6739	122.84	0.0669	3.34206	72.71
26.8759	116.90	0.0502	3.31739	69.19
31.2846	4.80	0.8029	2.85923	2.84
33.0082	11.29	0.8029	2.71376	6.68
35.6077	11.77	0.1338	2.52138	6.97
40.3773	6.56	0.3346	2.23387	3.88
42.3095	28.87	0.0612	2.13446	17.09
42.6020	19.35	0.1004	2.12223	11.46
43.9694	17.04	0.1338	2.05935	10.09
45.9927	38.96	0.4015	1.97336	23.06
47.2664	18.50	0.1673	1.92311	10.95
48.2550	10.54	0.2007	1.88600	6.24
48.8702	14.44	0.1004	1.86369	8.55
50.1470	18.02	0.0836	1.81919	10.67
54.3784	8.75	0.1673	1.68721	5.18

4. FTIR-Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	466.79	18.427	9.437	530.44	430.14	63.09	8.111
2	572.88	29.783	0.49	655.82	561.3	48.173	0.312
3	808.2	25.68	9.736	962.51	873.18	151.298	21.094
4	1095.6	10.525	25.769	1305.85	984.44	245.782	91.369
5	1458.3	33.075	1.558	1462.09	1444.73	8.1	0.188
6	1518.1	30.08	1.925	1521.89	1494.88	13.478	0.391
7	1541.18	30.889	2.1	1556.81	1529.6	13.384	0.398
8	2858.67	34.519	0.38	2875.96	2817.49	116.31	-0.542
9	2928.04	33.546	0.801	2951.19	2875.96	35.041	0.246

5. Uji Keasaman Katalis Metakaolin dengan FT-IR Piridin

Massa sampel (gr)	Luas disk sampel (cm ²)	Jenis sisi asam	Range bilangan gelombang	Luas Asam	Jumlah Sisi Lewis	Jumlah sisi Brønsted
0.0114	0.785	Lewis	1433-1458	0.55913664	0.0027	
	0.785	Brønsted	1540-1561	0.642430978		0.0024

Perhitungan Jumlah Sisi Asam dari Katalis Metakaolin

$$\text{Jumlah sisi asam (mmol/g)} = \frac{B \times L}{k \times g} \times 10^{-3}$$

$$\text{Koefisien asam Lewis (k)} = 1,42 \text{ cm.mmol}^{-1}$$

$$\text{Koefisien asam Brønsted (k)} = 1,88 \text{ cm.mmol}^{-1}$$

$$B = \text{Luas puncak pita Brønsted atau Lewis (cm}^{-1}\text{)}$$

$$L = \text{Luas disk sampel (cm}^2\text{)}$$

$$g = \text{Berat disk sampel (gr)}$$

Diketahui :

$$B \text{ Lewis} = 0,55913664 \text{ cm}^{-1}$$

$$B \text{ Brønsted} = 0,642430978 \text{ cm}^{-1}$$

$$L = 0,785 \text{ cm}^2$$

$$\text{Massa sampel} = 0,0114 \text{ gram}$$

Ditanyakan : a) Jumlah Sisi Asam Lewis

b) Jumlah Sisi Asam Brønsted

Jawab:

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Sisi Asam Lewis (mmol/g)} &= \frac{0,55913664 \times 0,785}{1,42 \times 0,0114} \times 10^{-3} \\ &= \frac{0,43892}{0,16188} \times 10^{-3} \\ &= 0,0027 \text{ mmol/g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Sisi Asam Brønsted} &= \frac{0,642430978 \times 0,785}{1,88 \times 0,0114} \times 10^{-3} \\ &= \frac{0,5043}{0,21432} \times 10^{-3} \\ &= 0,0024 \text{ mmol/g} \end{aligned}$$

6. Uji Keasaman Katalis Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat dengan FT-IR Piridin

Massa sampel (gr)	Luas disk sampel (cm ²)	Jenis sisi asam	Range bilangan gelombang	Luas Asam	Jumlah Sisi Lewis	Jumlah sisi Brønsted
0.0114	0.785	Lewis	1433-1458	0.634487599	0.0031	
	0.785	Brønsted	1540-1561	0.765746373		0.0028

Perhitungan Jumlah Sisi Asam dari Katalis Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat

$$\text{Jumlah sisi asam (mmo/g)} = \frac{B \times L}{k \times g} \times 10^{-3}$$

$$\text{Koefisien asam Lewis (k)} = 1,42 \text{ cm.mmol}^{-1}$$

$$\text{Koefisien asam Brønsted (k)} = 1,88 \text{ cm.mmol}^{-1}$$

$$B = \text{Luas puncak pita Bronsted atau Lewis (cm}^{-1}\text{)}$$

$$L = \text{Luas disk sampel (cm}^2\text{)}$$

$$g = \text{Berat disk sampel (gr)}$$

$$\text{Diketahui : B Lewis} = 0,634487599 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{B Brønsted} = 0,765746373 \text{ cm}^{-1}$$

$$L = 0,785 \text{ cm}^2$$

$$\text{Massa sampel} = 0,0114 \text{ gram}$$

Ditanyakan : a) Jumlah Sisi Asam Lewis

b) Jumlah Sisi Asam Brønsted

Jawab:

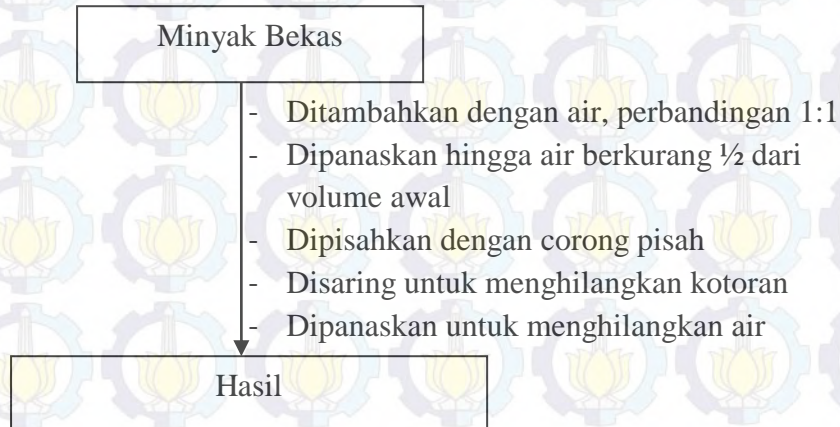
$$\begin{aligned} \text{Jumlah sisi asam Lewis (mmol/g)} &= \frac{0,634487599 \times 0,785}{1,42 \times 0,114} \times 10^{-3} \\ &= \frac{0,4981}{0,16188} \times 10^{-3} \\ &= 0,0031 \text{ mmol/g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Sisi Asam Brønsted} &= \frac{0,765746373 \times 0,785}{1,88 \times 0,114} \times 10^{-3} \\ &= 0,0028 \text{ mmol/g} \end{aligned}$$

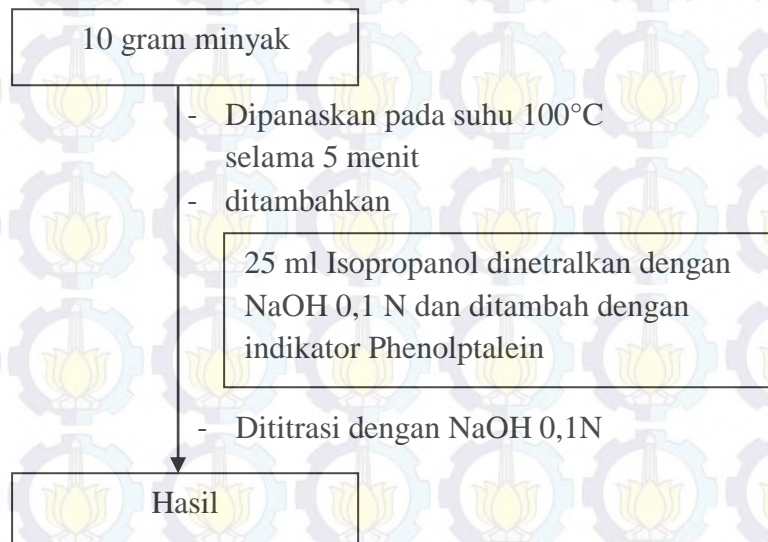
Lampiran 3

Esterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan Katalis Asam Heterogen

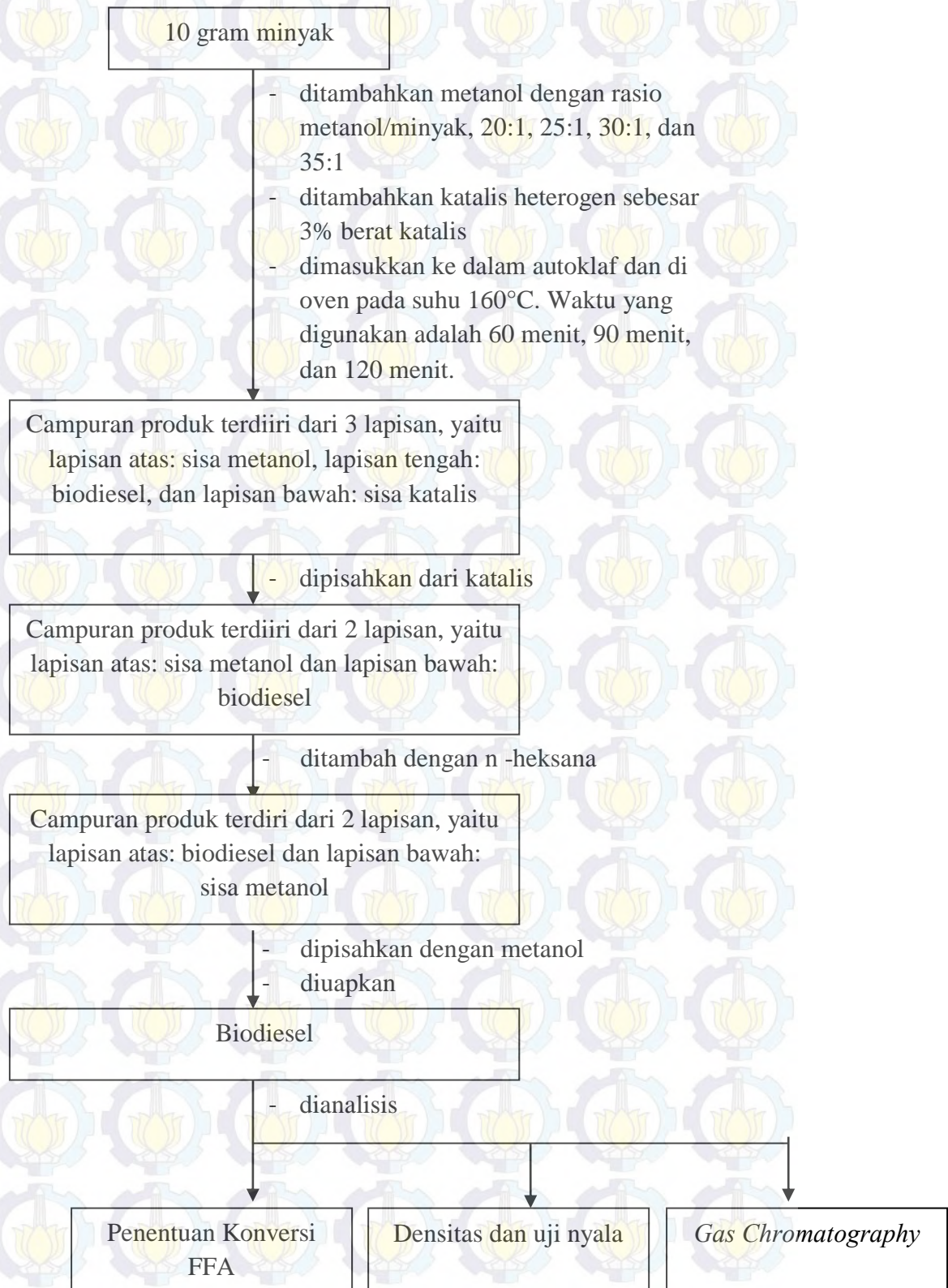
1. Preparasi Minyak Goreng Bekas



2. Menguji Kandungan Asam Lemak Bebas (ALB)



3. Membuat Metil Ester Melalui Reaksi Esterifikasi



Titrasi Asam Basa Untuk Menentukan Kadar Asam Lemak Bebas

4. Pembuatan Larutan NaOH 0,1N

$$\text{Mr NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 126$$

$$\text{NaOH } 0,1\text{N} \rightarrow 0,1\text{M}$$

$$\begin{aligned} n \text{ NaOH} &= M \times V \\ &= 0,1 \times 0,5 \\ &= 0,05 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= n \times \text{Mr NaOH} \\ &= 0,05 \times 40 \\ &= 2 \text{ gram} \end{aligned}$$

Untuk membuat larutan NaOH 0,1N maka 2 gram NaOH dilarutkan ke dalam 500 ml air. Kemudian distandarisasi dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,05N.

$$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O } 0,05\text{N} \rightarrow 0,025\text{M}$$

$$\begin{aligned} n \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} &= M \times V \\ &= 0,025 \times 0,1 \text{ l} \\ &= 0,0025 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,0025 \times 126 \\ &= 0,315 \text{ gram} \end{aligned}$$

Titrasi $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,05N oleh NaOH 0,1N, maka V NaOH yang diperlukan adalah sebagai berikut :

$$\begin{aligned} V \text{ NaOH}_{\text{rata-rata}} &= \frac{2,45+2,5+2,4}{3} \\ &= 2,45 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$V \text{ NaOH} \times N \text{ NaOH} = V \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \times N \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

$$2,45 \text{ ml} \times N \text{ NaOH} = 5 \text{ ml} \times 0,05 \text{ N}$$

$$N \text{ NaOH} = 0,102\text{N}$$

5. Perhitungan bahan-bahan sebelum digunakan untuk reaksi esterifikasi minyak goreng bekas dengan rasio minyak:metanol sebesar 1:30 dan suhu 160°C selama 2 jam.

$$\text{Massa minyak} = 10 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol minyak} &= \frac{10}{256} \\ &= 0,0391\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol metanol} &= \frac{30}{1} \times 0,0391 \\ &= 1,173\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Metanol} &= n \times \text{Mr CH}_4\text{O} \\ &= 1,173 \times 32 \\ &= 37,5536\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Volume} &= \frac{37,536}{0,7918} \\ &= 47,41 \text{ ml}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Berat katalis (3\%)} &= \frac{3}{100} \times 1 \text{ gram} \\ &= 0,03\end{aligned}$$

6. Konversi Asam Lemak Bebas (ALB) dari minyak goreng bekas

$$\text{Berat minyak} = 1,005$$

$$\text{V NaOH} = 1,2 \text{ ml}$$

$$\text{N NaOH} = 0,1\text{N}$$

$$\text{Mr C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2 \text{ (asam palmitat)} = 256$$

$$\begin{aligned}\% \text{ALB} &= \frac{1,2 \times 0,1 \times 256}{1,005} \times \frac{100\%}{1000} \\ &= 3,057\end{aligned}$$

7. Konversi Asam Lemak Bebas tanpa katalis

$$\text{Berat Minyak} = 1,005 \text{ gram}$$

$$\text{V NaOH} = 0,94 \text{ ml}$$

$$\text{N NaOH} = 0,1\text{N}$$

$$\text{Mr C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2 \text{ (asam palmitat)} = 256$$

$$\% \text{ALB} = \frac{0,94 \times 0,1 \times 25,6}{1,005}$$

$$= 2,394$$

$$\text{Konversi ALB} = \frac{\text{ALB}_{\text{awal}} - \text{ALB}_{\text{setelah reaksi}}}{\text{ALB}_{\text{awal}}} \times 100\%$$

$$= \frac{3,057 - 2,394}{3,057} \times 100\%$$

$$= 21,69\%$$

Data Konversi Asam Lemak Bebas untuk Variasi Rasio Molar Reaktan dan waktu

Waktu	Rasio Molar Reaktan	Volume NaOH (mL)			Rata-rata volume NaOH (mL)	Konversi Asam Lemak Bebas (%)
		1	2	3		
60 menit	1 : 20	0,95	1,05	0,9	0,967	19,42%
	1 : 25	0,7	0,8	0,9	0,8	33,33%
	1 : 30	0,65	0,65	0,7	0,67	44,17%
	1 : 35	0,75	0,8	0,75	0,77	35,83%
90 menit	1 : 20	0,77	0,78	0,78	0,78	34,68
	1 : 25	0,48	0,49	0,5	0,49	58,97
	1 : 30	0,4	0,42	0,4	0,41	66,5%
	1 : 35	0,52	0,54	0,56	0,54	54,78%
120 menit	1 : 20	0,55	0,56	0,57	0,56	53,1%
	1 : 25	0,36	0,35	0,35	0,35	70,69%
	1 : 30	0,2	0,2	0,21	0,20	83,35%
	1 : 35	0,32	0,31	0,32	0,31	73,20%

8. Konversi Asam Lemak Bebas dari katalis Metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak sebesar 30:1 selama 120 menit

Berat minyak = 1,005 gram

V NaOH = 0,20 mL

N NaOH = 0,1N

$$\% \text{ALB} = \frac{0,2 \times 0,1 \times 25,6}{1,005}$$

$$= 0,509$$

$$\text{Konversi} = \frac{3,057 - 0,509}{3,057} \times 100\%$$

$$= 83,35\%$$

9. Konversi Asam Lemak Bebas dari katalis Metakaolin dengan rasio molar metanol/minyak sebesar 30:1 selama 120 menit

Berat minyak = 1,005 gram

V NaOH = 0,30 mL

N NaOH = 0,1N

$$\% \text{ ALB} = \frac{0,30 \times 0,1 \times 25,6}{1,005}$$
$$= 0,764$$

$$\text{Konversi} = \frac{3,057 - 0,764}{3,057} \times 100\%$$
$$= 75,0111\%$$

10. Konversi Asam Lemak Bebas dari katalis Metakaolin Teraktivasi H₂SO₄ dengan rasio molar minyak:metanol sebesar 1:30 selama 120 menit

Berat minyak = 1,005 gram

V NaOH = 0,08 mL

N NaOH = 0,1N

$$\% \text{ ALB} = \frac{0,08 \times 0,1 \times 25,6}{1,005}$$
$$= 0,2034$$

$$\text{Konversi} = \frac{3,057 - 0,2034}{3,057} \times 100\%$$
$$= 93,34\%$$

11. Densitas biodiesel dengan rasio molar minyak metaanol, 1:30, dengan waktu 2 jam dan suhu 160°C

Massa piknometer (m1) = 15,874 gram

Volume piknometer (v) = 10,364 cm³

Massa piknometer berisi biodiesel (m2) = 24,996

$$\text{Densitas} = \frac{m2 - m1}{v} = \frac{24,996 - 15,874}{10,364} = 0,881$$

12. Yield Biodiesel menggunakan katalis Metakaolin, dengan rasio molar minyak:metanol sebesar 1:30, waktu 2 jam, 160°C

massa minyak = 10,0047 gram

Konsentrasi biodiesel sebesar 494887,3 mg/L maka :

Konsentrasi total hasil biodiesel hasil GC = 0,494887 g/ml

Massa biodiesel yang terbentuk = 9,4036 g

Massa jenis biodiesel = 0,88 g/ml

$$\text{Volume Biodiesel} = \frac{\text{massa biodiesel}}{\pi} = \frac{9,4036}{0,88} = 10,7 \text{ ml}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa biodiesel hasil GC} &= \text{konsentrasi biodiesel hasil GC} \times \text{volume} \\ &= 0,494887 \times 10,7 \\ &= 5,2952 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Yield Biodiesel} &= \frac{5,2952}{10,0047} \times 100\% \\ &= 52,93\%\end{aligned}$$

13. Yield Biodiesel menggunakan katalis Metakaolin Teraktivasi Asam Sulfat, dengan rasio molar minyak:metanol sebesar 1:30, waktu 2 jam, 160°C

massa minyak = 10,0047 gram

Konsentrasi biodiesel sebesar 568697,8 mg/L maka :

Konsentrasi total hasil biodiesel hasil GC = 0,568697 g/ml

Massa biodiesel yang terbentuk = 9,6347 g

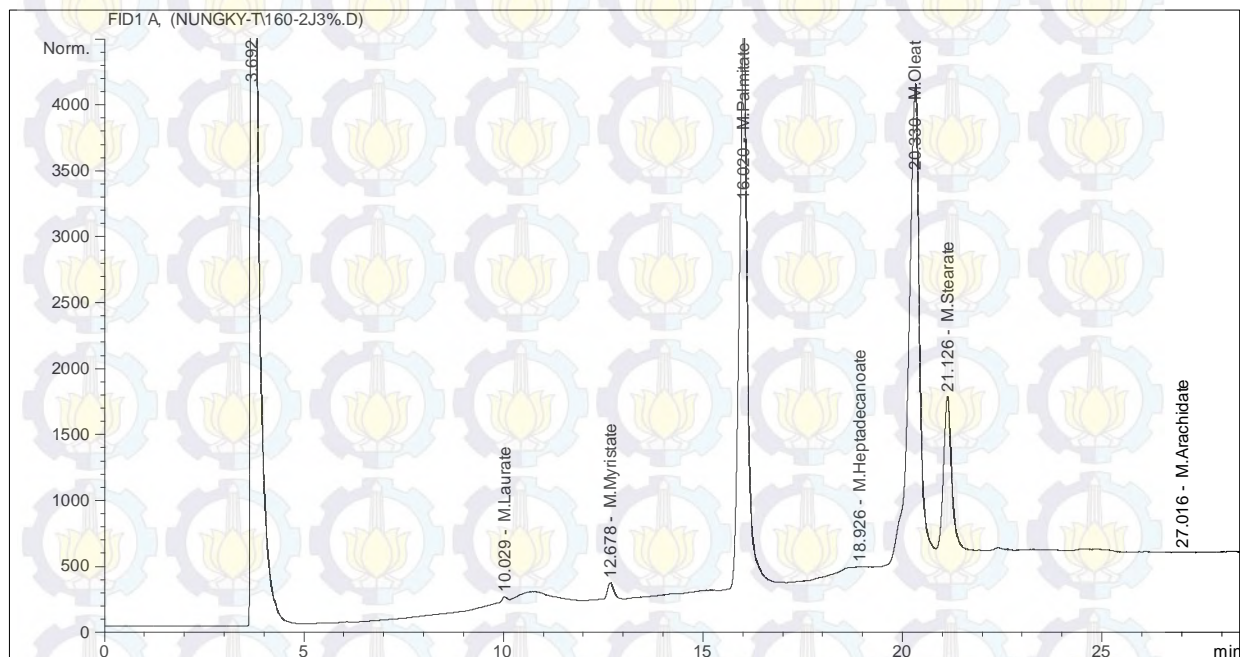
Massa jenis biodiesel = 0,88 g/ml

$$\text{Volume Biodiesel} = \frac{\text{massa biodiesel}}{\pi} = \frac{9,6347}{0,88} = 10,95 \text{ ml}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa biodiesel hasil GC} &= \text{konsentrasi biodiesel hasil GC} \times \text{volume} \\ &= 0,568697 \times 10,95 \\ &= 6,227 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Yield} &= \frac{6,227}{10,0047} \times 100\% \\ &= 62,27\%\end{aligned}$$

HASIL GC DENGAN KATALIS METAKAOLIN



Data File C:\HPCHEM\1\DATA\NUNGKY-T\160-2J3%.D Sample Name: 160C-2JAM-3%

Instrument 1 8/4/2015 2:39:03 PM

INNOWAX-1uL DIRECT

Injection Date : 8/4/2015 2:07:32 PM

Sample Name : 1:30-2JAM-3%M

Location : Vial 1

Acq. Operator :

Inj : 1

Acq. Method : FAMEINOX.M

Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M

Last changed : 8/4/2015 2:38:56 PM

(modified after loading)

RetTime [min]	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [(mg/L)]	Grp	Name
5.091	-	-	-	-	-	M.Hexanoate
6.381	-	-	-	-	-	M.Octanoate
7.699	-	-	-	-	-	M.Nonanoate
10.029	BV +	4012.985	1.55883	6255.56560	-	M.Laurate
12.678	BP +	2825.523	1.43071	4042.52619	-	M.Myristate
16.020	PB +	2.43834e5	1.24529	3.03644e5	-	M.Palmitate
18.926	VV +	551.7285	1.303127	718.97241	-	M.Heptadecanoate
20.330	PV +	3.55324e5	4.83165e-1	1.71680e5	-	M.Oleat
21.126	VB +	2.68710e4	3.18045e-1	8546.24268	-	M.Stearate
27.016	VB +	60.62005	0.00000	0.00000	-	M.Arachidate
Totals :				4.948873e5		

HASIL GC DENGAN KATALIS METAKAOLIN TERAKTIVASI ASAM SULFAT 4M



Data File C:\HPCHEM\1\DATA\NUNGKY02\3%1-30.D Sample Name: 3%-1:30-100c
Instrument 1 8/12/2015 11:59:39 AM
INNOWAX-1uL DIRECT

=====
Injection Date : 8/12/2015 11:11:30 AM
Sample Name : 1:30-2JAM-3%MS Location : Vial 1
Acq. Operator : Inj : 1
Acq. Method : FAMINNOX.M
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMINNOX.M
Last changed : 8/12/2015 11:59:37 AM
(modified after loading)
=====

RetTime [min]	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [(mg/L)]	Grp	Name
5.091	-	-	-	-	-	M.Hexanoate
6.481	-	-	-	-	-	M.Octanoate
7.399	-	-	-	-	-	M.Nonanoate
10.801	-	-	-	-	-	M.Laurate
13.722	-	-	-	-	-	M.Myristate
15.910	PB +	2.62367e5	1.245209	3.26703e5	-	M.Palmitate
19.334	VP +	381.5388	1.305637	498.1513	-	M.Heptadecanoate
20.146	VV +	4.48162e5	4.8317e-1	2.16540e5	-	M.Oleate
20.928	VB +	7.82527e4	3.18919e-1	2.49563e4	-	M.Linoleate
22.872	PP +	33.04778	0.00000	0.00000	-	M.Stearate
26.767	BB +	71.89524	0.00000	0.00000	-	M.Arachidate
Totals :				5.686978e5		

Kurva Standar FAME

